

1-
2

315
38
38

3/2





MINISTERIO DE AGRICULTURA

Dirección General de Agricultura

Métodos oficiales

para el

Análisis de los Vinos

que han de seguirse por todos los laboratorios
dependientes del Ministerio de Agricultura

Aprobados por Real orden de 14 de julio de 1913

3.^a EDICIÓN

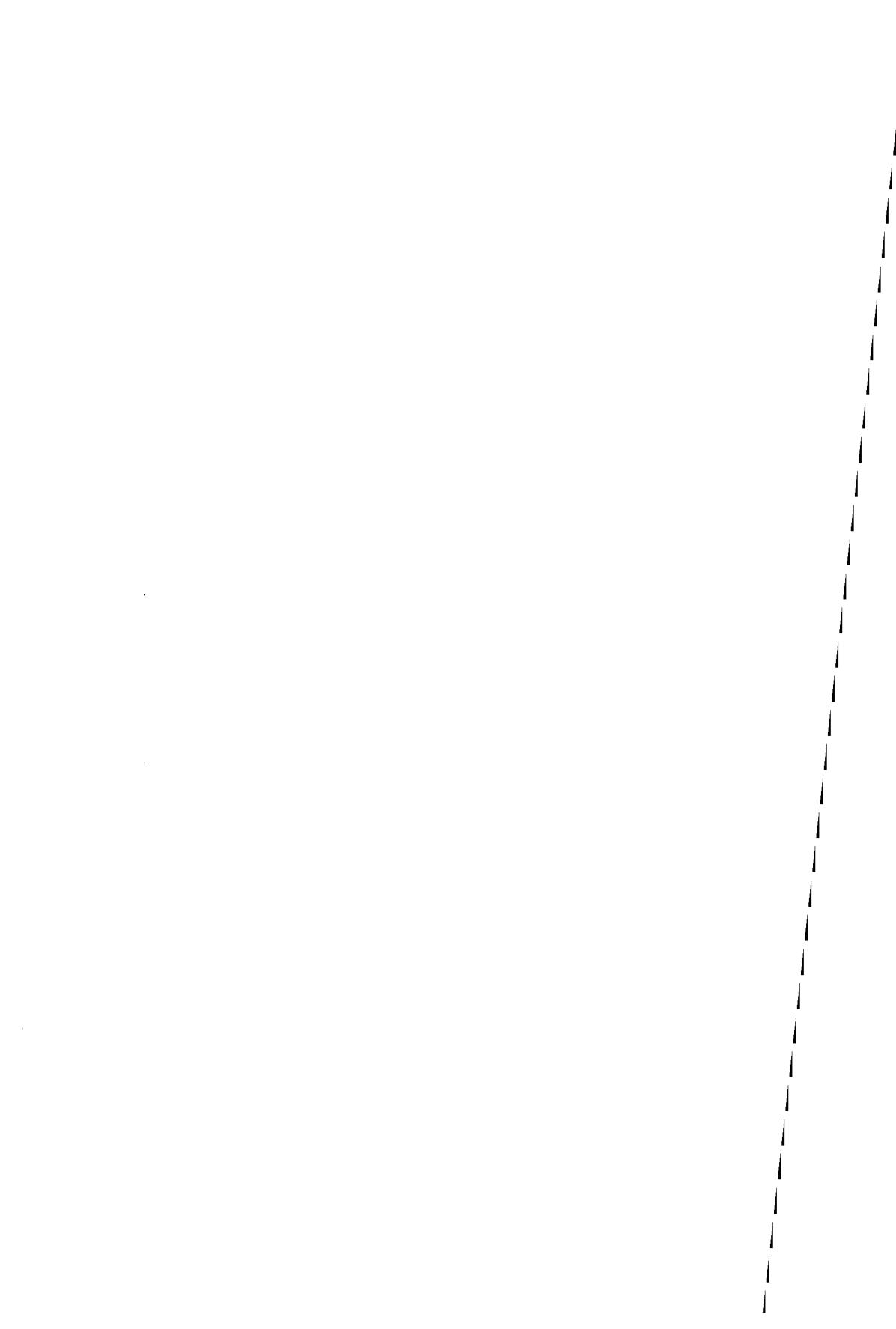


SERVICIO DE PUBLICACIONES AGRÍCOLAS

1934



Métodos oficiales
para el
Análisis de los Vinos



MINISTERIO DE AGRICULTURA

Dirección General de Agricultura

Métodos oficiales

para el

Análisis de los Vinos

que han de seguirse por todos los laboratorios
dependientes del Ministerio de Agricultura

Aprobados por Real orden de 14 de julio de 1913

3.^a EDICION

662.2 : 943



SERVICIO DE PUBLICACIONES AGRÍCOLAS

1934

R-18685

MURILLO). — Pasaje de Valdecilla, 2, Madrid - Teléfono 41527.

ADVERTENCIA

En abril del presente año tuvo lugar en Roma una Conferencia internacional, que trató de la unificación de los métodos de análisis de los vinos, a la que asistieron como Delegados de España el Ingeniero-Director de la Estación de Viticultura y Enología de Villafranca del Panadés, don Cristóbal Mestre Artigas, y don Juan Marcilla, Profesor de la Escuela Especial de Ingenieros Agrónomos. En dicha asamblea fueron escogidos los procedimientos analíticos más precisos y sencillos conocidos actualmente, los cuales, por conducto del Office International du Vin, fueron comunicados a los distintos Gobiernos que se interesaron en esta Conferencia.

Ahora seguirá a ésta otra diplomática, que se halla en período de organización, en la que se ratificarán aquellos trabajos que los técnicos se limitaron a estudiar y proponer. Una vez efectuada esta ratificación internacional, cada Gobierno hará la adaptación a su país de aquellos métodos internacionales, y en España, por las autoridades científicas se desarrollará el trabajo de redactar las instrucciones concretas necesarias con arreglo a dichos métodos, precisando bien los detalles de ejecución.

Consignamos estos detalles para que el lector se dé perfecta cuenta de que los métodos de análisis de los vinos constituyen tema sobre el que no se ha dicho la última palabra, y al que se volverá tan pronto como España, en la ratificación de los trabajos internacionales de los técnicos, adopte sus instrucciones para la aplicación de aquellos métodos.

En tanto, y para servir la demanda de folletos que se hace diariamente en el Servicio de Publicaciones Agrícolas, y a la que no se ha podido corresponder por haberse agotado la edición de 1933, dicho Servicio ha decidido reeditar los métodos oficiales para análisis de

los vinos, que se hallan en vigor por R. O. de 14 de julio de 1913, con la salvedad de lo expuesto anteriormente.

Asimismo, el Servicio de Publicaciones Agrícolas hace saber que, en forma de Apéndice, se suma a esta edición el Informe general de la Asamblea internacional de Peritos para el estudio de la unificación de Métodos de Análisis de los vinos, celebrado en Roma los días 9, 10 y 11 de abril de 1934.

Madrid, agosto de 1934.

Real orden

Ilmo. Sr.: Vistas las reclamaciones recibidas en este Ministerio en distintas épocas, referentes a la disparidad de criterio observado en la aplicación de procedimientos analíticos para investigar la composición y adulteraciones de los vinos, disparidad que da lugar a cuestiones de difícil resolución entre los productores y los almacenistas y entre éstos y el consumidor; teniendo en cuenta, por otra parte, que se presenta un porvenir a España en la exportación de sus caldos, siendo necesario para esto inspirar la debida confianza a los mercados extranjeros, dándoles a conocer la composición de los vinos que, aun absolutamente puros, no presentan, sin embargo, en ocasiones, las características adoptadas por otros países como expresivas de pureza; y que todos ellos, ya sean exportadores o importadores, cuentan con procedimientos oficiales para el análisis de los atribuyendo a este asunto toda la trascendencia que en sí tiene, vinos, siendo España actualmente una excepción, este Ministerio, acordó, después de oír a la Junta Consultiva Agronómica, nombrar una Comisión de Ingenieros Agrónomos, compuesta de los Directores de las Estaciones Agronómica del Instituto Agrícola de Alfonso XII y de las Enológicas de Haro, Reus y Villafranca del Panadés, para que propusieran los métodos oficiales que han de seguirse por todos los laboratorios a cargo del Cuerpo Nacional de Ingenieros Agrónomos para el análisis de los vinos.

Esta Comisión, cumpliendo su encargo, ha formulado con todo detalle los procedimientos para el análisis de los vinos, partiendo de las siguientes bases:

1.º Que es indispensable realizar en España anualmente un estudio dirigido a conocer la composición y características de los numerosos y en extremo diferentes tipos de vinos nacionales, pues éste es el único medio de poder llegar a determinar las condiciones me-

días que reúnen los naturales de cada comarca y los límites entre los que pueden oscilar sus respectivos componentes.

2.º Que es de necesidad fijar los métodos para la determinación de las alteraciones, así como de las adulteraciones y falsificaciones de que pueden ser objeto los vinos, en cuanto se refiere a su consumo y comercio interior; y

3.º Que siendo España un país exportador deben tenerse en cuenta, en los vinos que se analicen para su exportación, los métodos que para el análisis de los mismos y determinación de sus adulteraciones se siguen oficialmente en las principales naciones que los importan.

Para la resolución de los dos primeros puntos la Comisión propone las instrucciones y métodos que expone con el debido detalle, añadiendo a ellos la determinación del extracto seco por el procedimiento de evaporación a 100°, por la razón de que su valor juega un importante papel en determinadas relaciones que se aplican en varias naciones a nuestros caldos, y conviene, en consecuencia, poder fijar para nuestros vinos los límites referentes a dichas relaciones.

Para el tercer punto propone que los laboratorios sigan en lo posible los métodos oficiales de los países respectivos, a cuyo efecto indican la bibliografía actual, añadiendo que, en general, los procedimientos que aconseja deben seguirse no pueden considerarse como permanentes y definitivos, sino que deben quedar sujetos a periódicas revisiones, para introducir en ellos las modificaciones que las circunstancias y los progresos analíticos puedan aconsejar, así como deberán igualmente tenerse en cuenta las variaciones que en sus respectivos métodos de análisis de vinos puedan introducir sucesivamente los países importadores de nuestros caldos.

Fundado en las anteriores consideraciones, y visto el favorable informe emitido por la Junta Consultiva Agronómica al trabajo de referencia,

S. M. el Rey (q. D. g.) se ha servido disponer se aprueben los ~~diversos~~ métodos de análisis de vinos formulados por los Directores de las ~~Estaciones~~ Estaciones Agronómicas del Instituto Agrícola de Alfonso XII y Biológico de Haro, Reus y Villafranca del Panadés, que se declaran oficiales y obligatorios para todos los laboratorios agrícolas dependientes de este Ministerio, y que se publiquen en la Gaceta de Ma-

diff a continuación de esta Real orden, para conocimiento de aque-
llas a quienes pueda interesar.

De Real orden lo digo a V. I. para su conocimiento y demás efectos. Dios guarde a V. I. muchos años. Madrid, 14 de julio de 1913.

Gasset.—Sr. Director general de Agricultura, Minas y Montes.

**Métodos oficiales para el análisis de los vinos, que se declaran obligatorios para todos los laboratorios de-
pendientes del Ministerio de Agricultura.**

Instrucciones para la toma de muestras.

En la recogida de muestras de vino que haga el personal técnico agronómico, en la misma propiedad, para la determinación anual de la característica y composición de los vinos de las diferentes localidades comprendidas dentro de la esfera de acción de cada Establecimiento deberán tenerse en cuenta las instrucciones siguientes:

a) Las muestras deben referirse a los distintos tipos de vinos que en cada localidad se elaboren, bien para el consumo interior, bien para la exportación.

b) Las muestras deberán ser tomadas de manera que en lo posible representen en su composición, más que el tipo medio, los casos extremos.

c) Cada muestra deberá ser de un litro, como mínimo.

d) Las botellas deberán estar previamente perfectamente limpias, y ser lavadas luego con una pequeña cantidad del mismo vino de que hayan de llenarse.

e) Convendrá que, para cada muestra, se tomen los siguientes datos:

Naturaleza del suelo.

Edad, situación y exposición del viñedo.

Variedades de vid cuyas uvas hayan entrado en la composición del mosto y su proporción aproximada.

Cultivo, armado y poda de la cepa.

Condiciones climatológicas, especialmente durante la vendimia.

Estado de madurez y santidad del fruto.

Datos de producción por hectáreas.



Correcciones que se hayan efectuado en los mostos de que procedan las muestras.

Procedimiento de vinificación y tratamientos que se hayan efectuado en los vinos hasta el momento de la recogida de las muestras.

Determinaciones que hay que efectuar.

En los análisis de las muestras que se recojan, con el objeto de llegar a conocer la composición y característica de los diferentes tipos de vinos nacionales, deberán efectuarse, por lo menos, las siguientes determinaciones:

- Color.
- Densidad.
- Alcohol por 100 de volumen.
- Extracto seco oficial.
- Extracto seco a 100°.
- Acidez total.
- Acidez volátil.
- Materias minerales.
- Alcalinidad de las cenizas.
- Sulfatos.
- Materias reductoras.
- Potasa total.
- Ácido tártrico total.

Entendiéndose que las circunstancias especiales de cada comarca pueden aconsejar a los laboratorios respectivos ampliar las anteriores determinaciones con aquellas que pueden revestir importancia para fijar mejor la composición y característica de los diferentes tipos de vinos y aun proceder a la vinificación de uvas recogidas en la propiedad por el personal de dichos Centros.

Las determinaciones numéricas que deberán efectuarse para completar dichos análisis serán las siguientes:

- Alcohol en potencia.
- Alcohol total en peso.
- Acidez fija.
- Extracto seco oficial sin azúcar.
- Resto de extracto seco oficial deducida la acidez total.
- Resto de extracto seco oficial deducida la acidez fija.

Extracto seco a 100° reducido.

Relación alcohol: extracto a 100°.

Suma alcohol y acidez total.

Suma alcohol y acidez fija.

Relación ácido: alcohol (Halphen).

Relación alcohol: acidez fija (Blarez).

Relación Roos.

Relación cenizas: extracto seco oficial.

En los análisis que se hagan para investigar la pureza y naturalidad de los vinos será indispensable efectuar las siguientes determinaciones e investigaciones:

Degustación o cata.

Densidad.

Alcohol por 100 en volumen.

Extracto seco oficial.

Acidez total.

Acidez volátil.

Materias minerales.

Sulfatos.

Materias reductoras.

Ácido sulfuroso, en los vinos blancos.

Materia colorante, en los vinos tintos.

Y los cálculos o determinaciones numéricas ya indicadas que se juzguen necesarias para formarse concepto de las relaciones existentes entre los diferentes componentes investigados, determinando si están comprendidos dentro de los límites obtenidos en el estudio de los vinos naturales de la misma clase, año y procedencia.

En estos análisis deberán efectuarse también, y conforme aconsejen los resultados dados por las determinaciones anteriores, al objetivo inmediato del análisis u otras circunstancias, las investigaciones y determinaciones siguientes:

Potasa total.

Ácido tártrico total.

Ácido láctico.

Tanino y sustancias astringentes.

Glicerina.

Manita.

Nitrógeno.

Alcalinidad de las cenizas.

Cloruros.
Fosfatos.
Cobre.
Materias minerales diversas.
Nitratos.
Sustancias conservadoras (ácido salicílico, ácido benzoico, fluoruros, boratos, etc.).
Sacarosa.
Sustancias edulcorantes.
Gomas de dextrina glucosa.
Y todas aquellas que los resultados que vayan obteniéndose aconsejen, debiendo efectuarse, además, cuando se juzgue conveniente, el examen polarimétrico y el microscópico.
Desde luego que en los análisis que se practiquen en los vinos destinados a la exportación deberán tenerse en cuenta las determinaciones y cálculos que se exijan en los países respectivos.

Examen previo.

Preparación de la muestra.—Antes de proceder al análisis químico debe tener lugar el examen organoléptico de la muestra de vino presentada en el laboratorio.

Si el vino es turbio, se investigará la causa del enturbiamiento, y se le filtrará luego bajo filtro cubierto, empleando materia filtrante incapaz de actuar químicamente sobre el vino.

Once de tener que determinarse los nitratos se separará una parte del vino turbio, que se dejará en este estado y que se reservará para dicha operación.

Cuando el vino sea recién fermentado se le agitará convenientemente para eliminar el exceso de gas carbónico, que pudiera ser causa de error en ciertas determinaciones.

Examen organoléptico.—Por lo que respecta a la cata o degustación de la muestra a analizar, debe dársele gran importancia, pues reviste un interés capital, por las indicaciones valiosas que proporciona, respecto a la naturaleza y alteraciones que puede sufrir el vino.

Debe hacerse inmediatamente después de abierta la botella o el belezo que contiene el caldo que se va a catar.

Para degustar el vino se vierte en una copa, de forma variable (ordinariamente de forma cáliz), una porción de caldo, imprimiendo

a la copa un ligero movimiento circular y de oscilación brusca alternativamente para que el vino bañe las paredes de la copa y despidan el aroma o nariz.

Apreciando, en primer término, la caída del caldo y su naturaleza, unida o discontinua, etc., y al trazar el color, brillantez y transparencia del caldo examinado antes de aproximar la copa a la nariz para juzgar del aroma y carácter del vino que se cata.

Las tazas llamadas de cata, ya de plata o de metal plateado, son muy recomendables para juzgar la diafanidad, limpidez y la capa o color de los vinos.

Apreciados en la copa o en la taza de cata los datos que la vista y oírato puedan darnos respecto del vino, se toma un pequeño buche de caldo, que se mueve, haciéndole recorrer toda la boca, reteniéndolo un momento, el suficiente para saborear el vino, repitiendo la operación con un segundo buche de líquido hasta fijar, por la sensación producida en las papilas de la punta y bordes de la lengua, base de ésta y mucosa de la boca y fosa nasal, el sabor y olor característico del vino catado.

El resultado del examen organoléptico (que se referirá al color, limpidez, olor, sabor, etc., del vino) deberá ser indicado en el boletín de análisis.

Examen microscópico. — El resultado de la degustación podrá aconsejar la observación microscópica de la muestra a analizar que se realizará en el vino y en el depósito que de él se obtenga por centrifugación o mediante veinticuatro horas de reposo.

En general, deberán ser examinados al microscopio todos los vinos turbios y los que a la degustación denoten un estado de enfermedad, consignándose en este caso en el boletín el resultado de la observación.

Métodos oficiales de análisis.

I.—DETERMINACIÓN DEL PESO ESPECÍFICO

Se determinará la densidad del vino con un picnómetro o con un densímetro contrastado que aprecie hasta la cuarta decimal, operando siempre a 15° centígrados, para evitar las correcciones de temperatura.

En el caso de operarse con densímetros, éstos deberán ser comprobados frecuente y rigurosamente por medio del picnómetro.

Como picnómetro se emplearán frascos tapados con tapón esmerilado, de una capacidad aproximada de 50 c. c.; el cuello del frasco deberá tener seis centímetros de longitud, con un diámetro interior máximo de seis milímetros, y el trazo marcando la cabida deberá estar grabado próximamente a la mitad del cuello.

Con el picnómetro se operará del modo siguiente:

Después de estar perfectamente limpio y seco, y haber estado encerrado vacío durante una media hora dentro de la caja de la balanza, se pesará.

Se le llenará en seguida con agua destilada hasta un poco más del trazo, se le colocará en un baño de agua exactamente a 15°, en el cual deberá permanecer durante una media hora, pasada la cual se le sacará, cogiéndolo tan sólo de la parte superior vacía del cuello, y por medio de pequeñas bandas de papel-filtro se enrásará perfectamente con el trazo al nivel del agua, de tal modo, que el borde oscuro del menisco que forma el agua sea tangente al trazo del picnómetro.

Se seca luego, con pequeños pedazos de papel-filtro, el interior libre del cuello; se le tapará, se secará el picnómetro exteriormente y se le colocará durante media hora dentro de la caja de la balanza, pasada la cual se le pesará.

Se determinará tres veces consecutivas la cantidad de agua contenida en el picnómetro y se tomará la media de las tres determinaciones.

Se vaciará y secará el picnómetro, se le lavará varias veces con el vino a ensayar y se llenará luego con dicho vino, operando exactamente del mismo modo que acabamos de indicar para la determinación de la cantidad de agua, teniendo cuidado de que el enrascado tenga lugar en los dos casos a igual altura del cuello del frasco.

Hechas estas operaciones se determinará el peso específico por medio de la fórmula siguiente:

$$D = \frac{v - p}{a - p},$$

en la cual a es el peso del picnómetro lleno de agua hasta el trazo; v es el peso del picnómetro lleno de vino hasta el trazo, y p es el peso del picnómetro vacío.

Claro está que, en la fórmula anterior, el denominador, que no es otra cosa que el peso del agua contenida en el picnómetro hasta el trazo, es exactamente el mismo para todas las determinaciones que

se hagan con el mismo aparato; pero de todos modos convendrá de terminar de nuevo, de tiempo en tiempo, el peso del picnómetro vacío y el del que tiene lleno de agua hasta el trazo, pues estos dos pesos pueden ir sensiblemente variando con el tiempo y el uso.

La fórmula anterior se simplifica mucho empleando picnómetros que, llenos hasta el trazo, contengan exactamente 50 granos de agua, pues en este caso la fórmula queda reducida a la siguiente:

$$D = 0.02 (v - p).$$

Para calibrar el picnómetro de modo que tenga dicha cabida se procede del modo siguiente:

Se pesa el picnómetro limpio, seco y vacío; se pesan dentro, exactamente, 50 gramos de agua destilada, y se coloca luego el aparato en un baño de agua a 15° centígrados durante una hora, al cabo de cuyo tiempo se graba en el cuello del aparato un trazo que marque el nivel que alcance el líquido.

Esta operación de calibrado del picnómetro debe ser efectuada en el mismo laboratorio.

La exactitud de las determinaciones que se hagan con el picnómetro depende especialmente del cuidado que se ponga en la nivelación de los líquidos y de la observación exacta de la temperatura.

Cuando las condiciones en que se opere hagan que la temperatura cambie fácilmente deberá hacerse una nivelación o enrarse doble, para lo cual se introducirá de nuevo el picnómetro ya enrulado en el agua a 15°, y se observará al cabo de un cierto tiempo si el nivel persiste exactamente en el trazo.

En los meses de verano, especialmente, será preciso emplear recipientes que contengan gran cantidad de agua, con el objeto de que se conserve su temperatura más largo espacio de tiempo.

El valor de la densidad a 15° debe ser expresado en el boletín con cuatro cifras decimales.

En las mistelas, mostos concentrados y vinos de licor, la densidad reviste una gran importancia comercial y suele expresarse en grados Baumé, constituyendo los que se denominan *grados de dulce o de licor*.

Su determinación se efectuará a 15° centígrados, operando del modo que se acaba de indicar, y del valor encontrado para el peso específico se pasará al grado Baumé correspondiente, por medio de la siguiente tabla:

Tabla I de correspondencia entre las densidades y los grados Baumé.

Densidad	Grado Baumé										
1,001	0,16	1,033	4,62	1,065	8,75	1,097	12,75	1,129	16,5	1,160	19,9
1,002	0,33	1,034	4,75	1,066	8,87	1,098	12,87	1,130	16,6	1,161	20,0
1,003	0,50	1,035	4,87	1,067	9,00	1,099	13,00	1,131	16,7	1,162	20,1
1,004	0,62	1,036	5,00	1,068	9,12	1,100	13,12	1,132	16,8	1,163	20,2
1,005	0,75	1,037	5,12	1,069	9,25	1,101	13,25	1,133	16,9	1,164	20,4
1,006	0,87	1,038	5,25	1,070	9,37	1,102	13,37	1,134	17,0	1,165	20,5
1,007	1,00	1,039	5,37	1,071	9,50	1,103	13,50	1,135	17,1	1,166	20,6
1,008	1,16	1,040	5,50	1,072	9,62	1,104	13,60	1,136	17,2	1,167	20,7
1,009	1,33	1,041	5,66	1,073	9,75	1,105	13,70	1,137	17,4	1,168	20,8
1,010	1,50	1,042	5,83	1,074	9,87	1,106	13,80	1,138	17,5	1,169	20,9
1,011	1,62	1,043	6,00	1,075	10,00	1,107	13,90	1,139	17,6	1,170	21,0
1,012	1,75	1,044	6,12	1,076	10,12	1,108	14,00	1,140	17,7	1,180	22,0
1,013	1,87	1,045	6,25	1,077	10,25	1,109	14,12	1,141	17,8	1,190	23,0
1,014	2,00	1,046	6,37	1,078	10,37	1,110	14,25	1,142	17,9	1,199	24,0
1,015	2,12	1,047	6,50	1,079	10,50	1,111	14,37	1,143	18,0	1,210	25,0
1,016	2,25	1,048	6,62	1,080	10,62	1,112	14,50	1,144	18,1	1,221	26,0
1,017	2,37	1,049	6,75	1,081	10,75	1,113	14,62	1,145	18,2	1,231	27,0
1,018	2,50	1,050	6,87	1,082	10,87	1,114	14,75	1,146	18,4	1,242	28,0
1,019	2,66	1,051	7,00	1,083	11,00	1,115	14,87	1,147	18,5	1,252	29,0
1,020	2,83	1,052	7,12	1,084	11,12	1,116	15,00	1,148	18,6	1,262	30,0
1,021	3,00	1,053	7,25	1,085	11,25	1,117	15,10	1,149	18,7	1,275	31,0
1,022	3,12	1,054	7,37	1,086	11,37	1,118	15,20	1,150	18,8	1,286	32,0
1,023	3,25	1,055	7,50	1,087	11,50	1,119	15,30	1,151	18,9	1,296	33,0
1,024	3,37	1,056	7,62	1,088	11,62	1,120	15,40	1,152	19,0	1,309	34,0
1,025	3,50	1,057	7,75	1,089	11,75	1,121	15,50	1,153	19,1	1,320	35,0
1,026	3,66	1,058	7,87	1,090	11,87	1,122	15,62	1,154	19,2	1,332	36,0
1,027	3,83	1,059	8,00	1,091	12,00	1,123	15,75	1,155	19,4	1,345	37,0
1,028	4,00	1,060	8,12	1,092	12,12	1,124	15,87	1,156	19,5	1,357	38,0
1,029	4,12	1,061	8,25	1,093	12,25	1,125	16,00	1,157	19,6	1,370	39,0
1,030	4,25	1,062	8,37	1,094	12,37	1,126	16,12	1,158	19,7	1,383	40,0
1,031	4,37	1,063	8,50	1,095	12,50	1,127	16,25	1,159	19,8	1,453	45,0
1,032	4,50	1,064	8,62	1,096	12,62	1,128	16,37				

En los boletines correspondientes a los análisis en que se solicite el grado de licor se consignará la densidad a 15°, determinada como queda dicho y expresada con cuatro decimales, y luego se expresará con la denominación de «grado Baumé, o de licor correspondiente a la densidad», el que resulte de la tabla anterior. Este grado Baumé se consignará con dos decimales, empleando la cifra 0 ó la 5 para las centésimas, según que las centésimas indicadas en la tabla sean inferiores a 5, o sean iguales o superiores a 5. Por ejemplo: 1.º Densidad = 1,067 grado Baumé correspondiente = 9,0. 2.º Densidad = 1,071, grado Baumé correspondiente = 9,5. 3.º Densidad = 1,072, grado Baumé correspondiente = 9,6. Densidad = 1,082, grado Baumé correspondiente = 10,85.

II.—DETERMINACIÓN DEL ALCOHOL

Se verificará por el método de destilación, valléndose de aparatos cuya caldera sea capaz para operar con 400 c. c. En un balón de cuello estrecho se medirán exactamente 200 c. c. del vino a destilar, a la temperatura de 15° centígrados; se verterán en la caldera del aparato destilatorio, que estará unida a un refrigerante; se lavará el balón con una pequeña cantidad de agua destilada, que se verterá también en la caldera. La refrigeración se conducirá de tal manera que el líquido destilado y condensado mane a una temperatura la más próxima posible a 15°. Se detendrá la destilación cuando se hayan recogido algo más de los dos tercios del volumen del líquido sometido a la destilación (unos 150 c. c.), se completará su volumen, exactamente a 200 c. c. y a 15° de temperatura, con agua destilada; se uniformará perfectamente el líquido por la agitación (estando tapada la probeta con la palma de la mano) y se determinará el grado alcohólico por medio de un alcohómetro rigurosamente contrastado y dividido en décimas de grado, separadas lo necesario para que pueda verificarse la lectura con un error menor de media décima. La lectura deberá hacerse en la parte inferior del menisco que se forma en el vástago del alcohómetro. Operando a 15° exactamente, como queda indicado, no hay necesidad de efectuar corrección alguna de temperatura, expuesta siempre a errores; pero en aquellos casos en que, por circunstancias especiales, no fuese posible operar a 15°, se deberá procurar aproximarse a ellos tanto como sea posible, y, de todas maneras, la totalización de los 200 c. c. en que se verifique la gradu-

ción deberá efectuarse a la misma temperatura exactamente a que se enconrasen y se hayan medido los 200 c. c. de vino vertidos en la caldera para su destilación.

Los alcohómetros deberán ser comprobados frecuente y rigurosamente en los laboratorios por medio del picnómetro.

En los vinos poco alcohólicos, si se dispone de suficiente cantidad de líquido, es mejor operar con 400 c. c. de vino, recogiendo aproximadamente 200 de destilado y completando exactamente con agua destilada este volumen.

En este caso habrá necesidad de dividir por 2 la indicación del alcohómetro.

En cambio, en el caso de un líquido muy alcohólico, se vierten en la caldera 100 c. c. de dicho líquido, se añaden 200 c. c. de agua destilada, se recogen 200 de destilado y se multiplica por 2 el resultado de la graduación alcohómetrica.

Conviene en gran manera (especialmente en el caso de vinos muy alcohólicos) evitar cuidadosamente en la destilación toda pérdida de alcohol, a cuyo efecto el tubo de salida del serpentin o refrigerante se adicionará, por medio de un tubo de caucho, con un tubo de vidrio que desciende hasta el fondo del balón en que se vaya recogiendo el líquido destilado, debiendo tenerse muy presente que es preciso retirar el balón antes de apagar el mechero de calefacción, para evitar el retroceso hacia la caldera y por aspiración del líquido destilado.

Cuando la acidez volátil del vino, calculada en ácido acético, sea superior a dos gramos por litro, o cuando a la degustación denote dicho vino un estado de enfermedad, una vez medido, deberá ser exactamente neutralizado por medio de la sosa o de la magnesia cáustica antes de ser sometido a la destilación; en este caso puede añadirse, además, un poco de polvo de piedra pómex.

Los alcohómetros (y en general todos los densímetros) deberán ser sumergidos en los líquidos que se han de pesar, estando dichos aparatos bien secos y en un estado de limpieza extremadamente irreprochable, evitando de un modo muy especial engrasarlos con las manos.

El grado alcohólico se expresará en los boletines en volumen por 100, con una decimal.

No obstante, cuando las graduaciones alcohólicas se hagan a petición del público, para que surtan efecto en las transacciones co-

merciales, se podrá expresar con dos decimales si estas resultan del cálculo o como resultado de la media de las graduaciones que hayan podido efectuarse por vía comprobatoria.

Cuando se disponga de poca cantidad de líquido, puede determinarse también el grado alcohólico del vino por vía picnométrica, procediendo de la manera siguiente:

Se miden 100 c. c. a 15° de temperatura y se destilan aproximadamente dos terceras partes; se completa el volumen del destilado hasta 100 c. c. por medio del agua destilada (a 15°), y luego, por medio del picnómetro, se averigua la densidad a 15° del líquido así ampliado, deduciéndose, por último, de esta densidad el grado alcohólico del líquido por medio de la siguiente tabla.

Tabla II de correspondencia entre las densidades de

Densidad de la mezcla	Alcohol por 100 en volumen	Densidad de la mezcla	Alcohol por 100 en volumen	Densidad de la mezcla	Alcohol por 100 en volumen	Densidad de la mezcla	Alcohol por 100 en volumen
1,0000	0,00	0,9949	3,40	0,9898	7,34	0,9847	11,68
0,9999	0,07	8	3,56	7	7,42	6	11,77
3	0,13	7	3,64	9	7,50	5	11,86
7	0,20	6	3,71	5	7,58	4	11,95
6	0,27	5	3,78	4	7,66	3	12,05
5	0,33	4	3,85	3	7,74	2	12,14
4	0,40	3	3,93	2	7,82	1	12,23
3	0,47	2	4,00	1	7,90	0	12,32
2	0,53	1	4,07	0	7,99	0,9839	12,41
3	0,60	0	4,14	0,9889	8,07	8	12,50
0	0,67	0,9939	4,22	3	8,15	7	12,59
0,9989	0,73	8	4,29	7	8,23	6	12,69
3	0,80	7	4,36	9	8,31	5	12,78
7	0,87	6	4,43	5	8,40	4	12,88
6	0,93	5	4,51	4	8,48	3	12,97
5	1,00	4	4,58	3	8,56	2	13,06
4	1,07	3	4,65	2	8,64	1	13,16
3	1,14	2	4,73	1	8,73	0	13,25
2	1,20	1	4,80	0	8,81	0,9829	13,34
1	1,27	0	4,88	0,9879	8,89	8	13,44
0	1,34	0,9929	4,95	3	8,98	7	13,53
0,9979	1,41	8	5,03	7	9,06	6	13,63
8	1,48	7	5,10	6	9,15	5	13,72
7	1,54	6	5,18	5	9,23	4	13,82
6	1,61	5	5,25	4	9,32	3	13,91
5	1,68	4	5,33	3	9,40	2	14,01
4	1,75	3	5,40	2	9,48	1	14,10
3	1,82	2	5,48	1	9,57	0	14,20
2	1,88	1	5,55	0	9,66	0,9819	14,29
1	1,95	0	5,63	0,9869	9,74	8	14,39
0	2,02	0,9919	5,70	8	9,83	7	14,48
0,9969	2,09	8	5,78	7	9,91	6	14,58
8	2,16	7	5,86	6	10,00	5	14,68
7	2,23	6	5,93	5	10,09	4	14,77
6	2,30	5	6,01	4	10,17	3	14,87
5	2,37	4	6,09	3	10,26	2	14,97
4	2,44	3	6,16	2	10,35	1	15,07
3	2,51	2	6,24	1	10,43	0	15,16
2	2,58	1	6,32	0	10,52	0,9809	15,26
1	2,65	0	6,40	0,9859	10,61	8	15,36
0	2,72	0,9909	6,47	8	10,70	7	15,46
0,9959	2,79	8	6,55	7	10,79	6	15,55
8	2,86	7	6,63	6	10,88	5	15,65
7	2,93	6	6,71	5	10,96	4	15,75
6	3,00	5	6,79	4	11,05	3	15,85
5	3,07	4	6,86	3	11,14	2	15,95
4	3,14	3	6,94	2	11,23	1	16,04
3	3,21	2	7,02	1	11,32	0	16,14
2	3,28	1	7,10	0	11,41	0,9799	16,24
1	3,35	0	7,18	0,9849	11,50	8	16,34
0	3,42	0,9899	7,26	8	11,59	7	16,44

una mezcla de alcohol y agua y su riqueza alcohólica

Densidad de la mezcla	Alcohol por 100 en volumen	Densidad de la mezcla	Alcohol por 100 en volumen	Densidad de la mezcla	Alcohol por 100 en volumen	Densidad de la mezcla	Alcohol por 100 en volumen
0,9796	16,54	0,9745	21,66	0,9694	26,50	0,9643	31,07
5	16,04	4	21,76	3	26,69	2	31,16
4	16,74	3	21,86	2	26,78	1	31,24
3	16,84	2	21,96	1	26,87	0	31,32
2	16,94	1	22,06	0	26,96	0,9639	31,41
1	17,04	0	22,16	0,9689	27,05	8	31,49
0	17,14	0,9739	22,26	8	27,14	7	31,57
0,9789	17,24	8	22,35	7	27,24	6	31,65
8	17,34	7	22,45	6	27,33	5	31,73
7	17,44	6	22,55	5	27,42	4	31,81
6	17,54	5	22,65	4	27,51	3	31,89
5	17,64	4	22,75	3	27,60	2	31,98
4	17,74	3	22,85	2	27,69	1	32,06
3	17,84	2	22,95	1	27,78	0	32,14
2	17,94	1	23,05	0	27,87	0,9629	32,22
1	18,04	0	23,14	0,9679	27,96	8	32,30
0	18,14	0,9729	23,24	8	28,05	7	32,38
0,9779	18,24	8	23,34	7	28,14	6	32,46
8	18,34	7	23,44	6	28,23	5	32,54
7	18,44	6	23,54	5	28,32	4	32,62
6	18,54	5	23,63	4	28,41	3	32,70
5	18,64	4	23,73	3	28,50	2	32,78
4	18,74	3	23,83	2	28,59	1	32,85
3	18,84	2	23,93	1	28,67	0	32,93
2	18,94	1	24,02	0	28,76	0,9619	33,01
1	19,04	0	24,12	0,9669	28,85	8	33,09
0	19,14	0,9719	24,22	8	28,94	7	38,17
0,9769	19,24	8	24,32	7	29,03	6	33,25
8	19,34	7	24,41	6	29,11	5	33,33
7	19,44	6	24,51	5	29,20	4	33,40
6	19,55	5	24,60	4	29,29	3	33,48
5	19,65	4	24,70	3	29,38	2	33,56
4	19,75	3	24,80	2	29,46	1	33,64
3	19,85	2	24,89	1	29,55	0	33,71
2	19,95	1	24,99	0	29,64	0,9609	33,79
1	20,05	0	25,08	0,9659	29,72	8	33,87
0	20,15	0,9709	25,18	8	29,81	7	33,94
0,9759	20,25	8	25,27	7	29,89	6	34,02
8	20,35	7	25,37	6	29,98	5	34,10
7	20,45	6	25,47	5	30,06	4	34,17
6	20,55	5	25,56	4	30,15	3	34,25
5	20,65	4	26,66	3	30,23	2	34,33
4	20,75	3	25,75	2	30,32	1	34,40
3	20,86	2	25,84	1	30,40	0	34,47
2	20,96	1	25,94	0	30,49	0,9590	35,22
1	21,06	0	26,03	0,9649	30,57	80	35,95
0	21,16	0,9699	26,13	8	30,66	70	36,67
0,9759	21,26	8	26,22	7	30,74	60	37,37
8	21,36	7	26,31	6	30,82	50	38,06
7	21,46	6	26,41	5	30,91	40	38,74
6	21,56	5	26,50	4	30,99	30	39,40

Densidad de la mezcla	Alcohol por 100 en volumen	Densidad de la mezcla	Alcohol por 100 en volumen	Densidad de la mezcla	Alcohol por 100 en volumen
0,9520	40,00	0,8990	66,45	0,8460	86,30
10	40,70	80	66,87	50	86,63
00	41,33	70	67,29	40	86,95
0,9490	41,95	60	67,70	30	87,27
80	42,57	50	68,12	20	87,60
70	43,17	40	68,53	10	87,92
60	43,77	30	68,94	00	88,23
50	44,35	20	69,34	0,8390	88,55
40	44,93	10	69,75	80	88,86
30	45,50	00	70,16	70	89,18
20	46,07	0,8890	70,56	60	89,48
10	46,63	80	70,96	50	89,79
00	47,18	70	71,36	40	90,09
0,9390	47,72	60	71,76	30	90,40
80	48,26	50	72,15	20	90,70
70	48,80	40	72,55	10	90,99
60	49,33	30	72,94	00	91,29
50	49,85	20	73,33	0,8290	91,58
40	50,37	10	73,72	80	91,87
30	50,88	00	74,11	70	92,15
20	51,39	0,8790	74,49	60	92,44
10	51,89	80	74,88	50	92,72
00	52,39	70	75,26	40	93,00
0,9290	52,89	60	75,64	30	93,28
80	53,39	50	76,02	20	93,55
70	53,88	40	76,40	10	93,82
60	54,36	30	76,78	00	94,09
50	54,84	20	77,15	0,8190	94,35
40	55,32	10	77,53	80	94,61
30	55,80	00	77,90	70	94,87
20	56,27	0,8690	78,27	60	95,13
10	56,74	80	78,64	50	95,38
00	57,21	70	79,00	40	95,63
0,9190	57,67	60	79,37	30	95,88
80	58,13	50	79,73	20	96,13
70	58,59	40	80,09	10	96,37
60	59,05	30	80,45	00	96,61
50	59,50	20	80,81	0,8090	96,85
40	59,95	10	81,17	80	97,08
30	60,40	00	81,52	70	97,31
20	60,84	0,8590	81,87	60	97,54
10	61,29	80	82,23	50	97,76
00	61,73	70	82,57	40	97,99
0,9090	62,17	60	82,96	30	98,20
80	62,61	50	83,27	20	98,42
70	63,04	40	83,61	10	98,63
60	63,47	30	83,96	00	98,84
50	63,91	20	84,30	0,7990	99,05
40	64,34	10	84,64	80	99,26
30	64,76	00	84,97	70	99,46
20	65,19	0,8490	85,31	60	99,66
10	65,61	80	85,64	50	99,86
00	66,03	70	85,97	42	100,00

III.—DETERMINACIÓN DEL EXTRACTO SECO

Método oficial.—Esta determinación se efectuará por el método indirecto, valiéndose de la fórmula siguiente:

$$D'' = (D + 1) - D$$

en la cual, D representa la densidad del vino determinada, como ya se ha indicado; D' , el peso específico o densidad del destilado alcohólico, y D'' , el peso específico o densidad de la solución de extracto.

El valor de D' se deducirá, una vez conocido el grado alcohólico del vino, de la tabla anterior II, y si dicho grado se determinó por vía picnométrica, la densidad dada por el picnómetro es precisamente el valor de D' .

Una vez calculado por esta fórmula el valor de D'' , se deducirá de él la riqueza extractiva del vino por medio de la siguiente tabla III de Ackermann.

Como comprobación, deberá determinarse (con el densímetro o con el picnómetro), con cuatro decimales también, la densidad del vino desalcoholizado, para lo cual podrá aprovecharse el residuo que queda en la caldera del alambique después de la destilación, y restablecer el volumen primitivo a la temperatura de 15°, con agua destilada.

El peso específico que se obtenga de esta manera no deberá diferenciarse en más de dos unidades de la cuarta cifra decimal del valor de D'' , obtenido por la fórmula anterior; de ser mayor la diferencia, deberán repetirse las operaciones destilatorias y densimétricas.

La riqueza extractiva de los vinos deberá consignarse en los boletines con una decimal.

Para la determinación del extracto seco, por este método, el vino no debe haber sido neutralizado.

Caso de haberlo sido para la determinación del grado alcohólico, conforme se indicó, se deberá efectuar una destilación especial y sin neutralización para la determinación indirecta que se acaba de indicar del extracto seco.

Tabla III para el cálculo del extracto seco de los vinos

Método a 100°.—En los análisis de vinos que se hagan para el estudio de su composición y característica anual, deberá determinarse también, conforme se ha indicado anteriormente, su riqueza extractiva por el método denominado a 100°, pues partiendo de su valor deben establecerse algunas relaciones que se emplean en varias naciones importadoras de los vinos españoles, y conviene llegar a fijar los límites entre que oscilan, en los vinos de nuestro país, los valores de dichas relaciones.

El extracto seco a 100° se determina vertiendo 20 c. c. de vino, medidos con una pipeta graduada entre dos trazos, en una cápsula de platino de forma cilíndrica y de fondo plano de 55 mm. de diámetro y 25 mm. de altura. Siendo muy esencial que la cápsula sea de fondo plano, debe tenerse la precaución, al limpiarlas y secarlas, de apoyar dicho fondo sobre una superficie plana y resistente.

Dicha cápsula de platino se coloca sobre un baño maría, cuya cubierta superior esté perfectamente horizontal y provista de orificios circulares de 50 mm. de diámetro, es decir, cinco menos que el de las cápsulas. Estas deben colocarse de modo que obstruyan dichos orificios, sirviendo como de tapadera de los mismos, y aquellos orificios o aberturas que no sean utilizados deberán ser cerrados por medio de sus tapaderas especiales.

El baño maría debe ser de nivel constante y el escape del vapor de agua tener lugar por la juntura de la cubierta, si ésta no está unida al baño, o bien por medio de un tubo de desprendimiento estrecho y largo, fijado en el centro de la cubierta, si está unido al baño maría, formando cuerpo con el mismo. La evaporación debe ser libre, es decir, que el baño maría no debe estar colocado bajo cierres ni en una corriente de aire. La distancia entre el fondo de las cápsulas y el nivel del agua del baño maría debe ser de cinco a seis centímetros. Al colocar la cápsula el agua del baño maría debe estar ya en ebullición, y ésta debe mantenerse durante seis horas consecutivas al cabo de cuyo tiempo se retira la cápsula, se seca rápida y esmeradamente su fondo, se deja enfriar bajo un desecador y se pesa. Del peso encontrado se deduce el de la cápsula, se multiplica por 50 el resultado, y la cifra obtenida representa, en gramos, el peso del extracto seco a 100° por litro de vino.

Para la determinación del extracto seco por este método pueden emplearse, en vez de cápsulas de platino, las de cuarzo fundido y transparente, cuyas dimensiones interiores sean las que se han indicado para las de platino.

IV.—DETERMINACIÓN DE LA ACIDEZ TOTAL

Se toman 10 c. c. de vino por medio de una pipeta y se echan en un vaso de fondo plano. Se calienta hasta que comienza la ebullición, con el objeto de desalojar el anhídrido carbónico, y se deja enfriar. Se añaden cinco o seis gotas de una solución alcohólica de fenolftaleína. Se toma una bureta dividida hasta décimas de centímetro cúbico; se lava primero con agua destilada, y luego, por dos veces, por lo menos, con la solución decinormal de sosa que luego se va a emplear, haciendo que los líquidos de loción salgan por la extremidad afilada de la bureta. Luego se llena la bureta algo más arriba del cero con la solución decinormal de sosa, se abre rápidamente la pinza de la bureta, al objeto de que el tubo de salida esté completamente lleno de líquido, sin que quede burbuja de aire; luego se enrassa el líquido con el cero de la bureta. Se coloca el vaso que contiene el vino debajo de la bureta y encima de un papel blanco y se le va añadiendo gota a gota la sosa fijándose en la variación de color que va experimentando el vino, y, cuando este color sea el verde oscuro, entonces se añade una gota más de la solución alcalina, y con una varilla se procede al toque del vino con un papel de tornasol sensible; si se vuelve rojo se añade otra gota, y así se sigue hasta que el papel no varíe de color, lo que nos indicará que los ácidos del vino están completamente neutralizados. Se lee el número de centímetros cúbicos de sosa empleados, los cuales, multiplicados por 0,49, nos darán la acidez total por litro de vino en ácido sulfúrico. Si en vez de expresar la acidez total en ácido sulfúrico interesa expresarla en ácido tártrico, se empleará el coeficiente 0,75 en vez del 0,49.

Si el vino es blanco, se procederá de igual manera; solamente que no habrá necesidad de proceder al toque, sino que se irá añadiendo el líquido alcalino hasta que se obtenga el color rosa persistente. Con el número de centímetros cúbicos empleados se operará como en el caso anterior.

Para pasar de la acidez total expresada en ácido sulfúrico a la acidez total expresada en ácido tártrico bastará multiplicar la primera por el coeficiente 1,53.

La acidez total se expresará en los boletines en ácido sulfúrico y en ácido tártrico con una cifra decimal.

La tabla que sigue da directamente la acidez en sulfúrico, en tártrico y en acético, según el número de centímetros cúbicos y décimas de centímetro cúbico de sosa N/10 empleados desde un centímetro cúbico hasta 10 c. c.

Tabla IV, que da la acidez por litro en ácidos sulfúrico, tártrico y acético, según el número de centímetros cúbicos de sosa N/10 empleados, operando sobre 10 centímetros cúbicos de vino

Sosa N/10 empleada — Cm ³	Gramos por litro de acidez			Sosa N/10 empleada — Cm ³	Gramos por litro de acidez			Sosa N/10 empleada — Cm ³	Gramos por litro de acidez			Sosa N/10 empleada — Cm ³	Gramos por litro de acidez		
	En sulfúrico	En tártrico	En acético		En sulfúrico	En tártrico	En acético		En sulfúrico	En tártrico	En acético		En sulfúrico	En tártrico	En acético
0,1	0,049	0,075	0,06	2,6	1,274	1,950	1,56	5,1	2,499	3,825	3,06	7,6	3,724	5,700	4,50
0,2	0,098	0,150	0,12	2,7	1,323	2,025	1,62	5,2	2,548	3,900	3,12	7,7	3,773	5,775	4,62
0,3	0,147	0,225	0,18	2,8	1,372	2,100	1,68	5,3	2,597	3,975	3,18	7,8	3,822	5,850	4,68
0,4	0,196	0,300	0,24	2,9	1,421	2,175	1,74	5,4	2,640	4,050	3,24	7,9	3,871	5,925	4,74
0,5	0,245	0,375	0,30	3,0	1,470	2,250	1,80	5,5	2,695	4,125	3,30	8,0	3,920	6,009	4,80
0,6	0,294	0,450	0,36	3,1	1,519	2,325	1,86	5,6	2,744	4,200	3,36	8,1	3,969	6,075	4,86
0,7	0,343	0,525	0,42	3,2	1,568	2,400	1,92	5,7	2,793	4,275	3,42	8,2	4,018	6,150	4,92
0,8	0,392	0,600	0,48	3,3	1,617	2,475	1,98	5,8	2,842	4,350	3,48	8,3	4,067	6,225	4,98
0,9	0,441	0,675	0,54	3,4	1,666	2,550	2,04	5,9	2,891	4,425	3,54	8,4	4,116	6,300	5,04
1,0	0,490	0,750	0,60	3,5	1,715	2,625	2,10	6,0	2,940	4,500	3,60	8,5	4,163	6,375	5,10
1,1	0,539	0,825	0,66	3,6	1,764	2,700	2,16	6,1	2,989	4,575	3,66	8,6	4,214	6,450	5,16
1,2	0,588	0,900	0,72	3,7	1,813	2,775	2,22	6,2	3,038	4,650	3,72	8,7	4,263	6,525	5,22
1,3	0,637	0,975	0,78	3,8	1,862	2,850	2,28	6,3	3,087	4,725	3,78	8,8	4,312	6,600	5,28
1,4	0,686	1,050	0,84	3,9	1,911	2,925	2,34	6,4	3,136	4,800	3,84	8,9	4,361	6,675	5,34
1,5	0,735	1,125	0,90	4,0	1,960	3,000	2,40	6,5	3,185	4,875	3,90	9,0	4,410	6,750	5,40
1,6	0,784	1,200	0,96	4,1	2,009	3,075	2,46	6,6	3,234	4,950	3,96	9,1	4,459	6,825	5,46
1,7	0,833	1,275	1,02	4,2	2,058	3,150	2,52	6,7	3,283	5,025	4,02	9,2	4,508	6,900	5,52
1,8	0,882	1,350	1,08	4,3	2,107	3,225	2,58	6,8	3,332	5,100	4,08	9,3	4,557	6,975	5,58
1,9	0,931	1,425	1,14	4,4	2,156	3,300	2,64	6,9	3,381	5,175	4,14	9,4	4,606	7,050	5,64
2,0	0,980	1,500	1,20	4,5	2,205	3,375	2,70	7,0	3,430	5,250	4,20	9,5	4,655	7,125	5,70
2,1	1,029	1,575	1,26	4,6	2,254	3,450	2,76	7,1	3,479	5,325	4,26	9,6	4,704	7,200	5,76
2,2	1,078	1,650	1,32	4,7	2,303	3,125	2,82	7,2	3,528	5,400	4,32	9,7	4,753	7,275	5,82
2,3	1,127	1,725	1,38	4,8	2,352	3,600	2,88	7,3	3,577	5,475	4,38	9,8	4,802	7,350	5,88
2,4	1,176	1,800	1,44	4,9	2,401	3,675	2,94	7,4	3,626	5,550	4,44	9,9	4,851	7,425	5,94
2,5	1,225	1,875	1,50	5,0	2,450	3,750	3,00	7,5	3,675	5,625	4,50	10,0	4,900	7,500	6,00

En el caso de que los centímetros cúbicos de **sosa** empleados fueran mayor que 10, por ejemplo, 14, bastará sumar la acidez correspondiente a 10 c. c. = 4,9, con la que corresponde a $4,9 + 1,96 = 6,86$, y nos dará un total de $4,9 + 1,96 = 6,86$, o sea 6.9 en ácido sulfúrico, etc.

V.—DETERMINACIÓN DE LA ACIDEZ VOLÁTIL

Entre los diversos procedimientos que existen para la determinación de la acidez volátil en los vinos hemos aceptado los dos siguientes:

Método alemán.—Se miden 50 c. c. de vino, que se introducen en un matraz redondo de unos 200 c. c. de capacidad, el cual se cierra con un tapón de caucho con dos orificios, por uno de los cuales le atraviesa un tubo de vidrio afilado en el extremo, que va hasta casi al fondo del matraz, y por el otro extremo, doblado en ángulo, se une por medio de un trozo de tubo de caucho, con otro de vidrio, también acodado, y que va a parar a otro matraz de un litro de capacidad; por el segundo orificio del tapón entra otro tubo de vidrio que se une a un refrigerante Liebig, en cuya otra extremidad se coloca un recipiente de unos 300 c. c. de capacidad, con un trazo que marca 200 c. c. El matraz que contiene el agua lleva también un tubo de seguridad.

Para operar se comienza por incomunicar los dos matraces, empleando una pinza que se dispone en el tubo de caucho; se calientan ambos matraces, procurando que el agua del matraz comience a hervir cuando hayan ya destilado próximamente unos 25 c. c. del vino. En este momento se abre la pinza y se hace que circule el vapor de agua a través del vino, procurando que la corriente de vapor sea viva, y graduándola de tal modo que no aumente sensiblemente el volumen de los 25 c. c. de líquido que hay en el matraz pequeño, y así se sigue la operación hasta que se obtenga una cantidad de destilado algo superior a 200 c. c. A este líquido destilado se le añaden unas cinco gotas de fenolftaleína y se valora la acidez con la sosa al décimo, como en el caso anterior.

La acidez volátil se expresará en gramos y decigramos de ácido acético.

La tabla siguiente da directamente la acidez volátil por litro de vino en ácido acético, sulfúrico y tártrico por centímetro cúbico y décimas de centímetro cúbico de sosa, décima normal empleados:

Tabla V, que da la acidez por litro de vino en ácidos acético, sulfúrico y tátrico, según el número de centímetros cúbicos y décimas de centímetro cúbico de sosa N/10 empleados operando con 50 c. c. de vino.

Sosa N/10 empleada	Gramos por litro de acidez			Sosa N/10 empleada	Gramos por litro de acidez			Sosa N/10 empleada	Gramos por litro de acidez			Sosa N/10 empleada	Gramos por litro de acidez		
	En acético	En sulfúrico	En tátrico		En acético	En sulfúrico	En tátrico		En acético	En sulfúrico	En tátrico		En acético	En sulfúrico	En tátrico
Cm ³			Cm ³					Cm ³				Cm ³			
0,1	0,012	0,0098	0,015	2,6	0,312	0,255	0,390	5,1	0,612	0,500	0,765	7,6	0,912	0,745	1,140
0,2	0,024	0,0196	0,030	2,7	0,324	0,265	0,405	5,2	0,624	0,510	0,780	7,7	0,924	0,755	1,155
0,3	0,036	0,0294	0,045	2,8	0,336	0,274	0,420	5,3	0,636	0,519	0,795	7,8	0,936	0,764	1,170
0,4	0,048	0,0392	0,060	2,9	0,348	0,284	0,435	5,4	0,648	0,529	0,810	7,9	0,948	0,774	1,185
0,5	0,060	0,0490	0,075	3,0	0,360	0,294	0,450	5,5	0,660	0,539	0,825	8,0	0,960	0,784	1,200
0,6	0,072	0,0588	0,090	3,1	0,372	0,304	0,465	5,6	0,672	0,549	0,840	8,1	0,972	0,794	1,215
0,7	0,084	0,0686	0,105	3,2	0,384	0,314	0,480	5,7	0,684	0,559	0,855	8,2	0,984	0,804	1,230
0,8	0,096	0,0784	0,120	3,3	0,396	0,323	0,495	5,8	0,696	0,568	0,870	8,3	0,996	0,813	1,245
0,9	0,108	0,0882	0,135	3,4	0,408	0,333	0,510	5,9	0,708	0,578	0,885	8,4	1,008	0,823	1,260
1,0	0,120	0,098	0,150	3,5	0,420	0,343	0,525	6,0	0,720	0,588	0,900	8,5	1,020	0,833	1,275
1,1	0,132	0,108	0,165	3,6	0,432	0,353	0,540	6,1	0,732	0,598	0,915	8,6	1,032	0,843	1,290
1,2	0,144	0,118	0,180	3,7	0,444	0,363	0,555	6,2	0,744	0,608	0,930	8,7	1,044	0,853	1,305
1,3	0,156	0,127	0,195	3,8	0,456	0,372	0,570	6,3	0,756	0,617	0,945	8,8	1,056	0,862	1,320
1,4	0,168	0,137	0,210	3,9	0,468	0,382	0,585	6,4	0,768	0,627	0,960	8,9	1,068	0,872	1,335
1,5	0,180	0,147	0,225	4,0	0,480	0,392	0,600	6,5	0,780	0,637	0,975	9,0	1,080	0,882	1,350
1,6	0,192	0,157	0,240	4,1	0,492	0,402	0,615	6,6	0,792	0,647	0,990	9,1	1,092	0,892	1,365
1,7	0,204	0,167	0,255	4,2	0,504	0,412	0,630	6,7	0,804	0,657	1,005	9,2	1,104	0,902	1,380
1,8	0,216	0,176	0,270	4,3	0,516	0,421	0,645	6,8	0,816	0,666	1,020	9,3	1,116	0,911	1,395
1,9	0,228	0,186	0,285	4,4	0,528	0,431	0,660	6,9	0,828	0,676	1,035	9,4	1,128	0,921	1,410
2,0	0,240	0,196	0,300	4,5	0,540	0,441	0,675	7,0	0,840	0,686	1,050	9,5	1,140	0,931	1,425
2,1	0,252	0,206	0,315	4,6	0,552	0,451	0,690	7,1	0,852	0,696	1,065	9,6	1,152	0,941	1,440
2,2	0,264	0,216	0,330	4,7	0,564	0,461	0,705	7,2	0,864	0,706	1,080	9,7	1,164	0,951	1,455
2,3	0,276	0,225	0,345	4,8	0,576	0,470	0,720	7,3	0,876	0,715	1,095	9,8	1,176	0,960	1,470
2,4	0,288	0,235	0,360	4,9	0,588	0,480	0,735	7,4	0,888	0,725	1,110	9,9	1,188	0,970	1,485
2,5	0,300	0,245	0,375	5,0	0,600	0,490	0,750	7,5	0,900	0,735	1,125	10,0	1,200	0,980	1,500

Cuando el número de centímetros cúbicos de sosa N/10 empleados haya sido superior a 10, se empleará la tabla anterior del modo como se ha indicado para el caso análogo en la tabla IV.

Si el vino presenta una acescencia muy marcada (superior a dos gramos por litro en acético), para aplicar el procedimiento que acabamos de indicar se operará solamente sobre 25 c. c. de vino, que se adicionarán del mismo volumen de agua destilada.

En este caso, los resultados dados por las tablas anteriores deberán ser multiplicados por 2.

Método Mathieu.—Es bastante más rápido que el anterior, y puede emplearse especialmente para las transacciones comerciales o cuando se disponga de poco vino.

Para ponerlo en práctica se emplea un aparato que consta de un matraz de fondo redondeado de unos 50 c. c. de capacidad y de boca ancha, tapado por un tapón de caucho de dos agujeros, por uno de los cuales atraviesa un tubo que comunica con un serpentín, colocado dentro de un refrigerante, y por el otro, un tubo con llave que termina en una parte ensanchada en forma de embudo.

Para operar se introduce en el matraz 10 c. c. de vino; se hace hervir hasta que se obtengan cuatro centímetros cúbicos de destilado, que se recogen en una probeta graduada; luego se dejan enfriar un poco y, abriendo la llave, se introducen en el matraz seis centímetros cúbicos de agua destilada y se hace hervir de nuevo hasta obtener otros ocho centímetros cúbicos de destilado, y se repite la operación otras dos veces, recogiendo en cada uno seis centímetros cúbicos, obteniéndose así, en total, 24 c. c. con cuatro destilaciones sucesivas.

En este líquido destilado se determina el número de centímetros cúbicos de sosa N/10 que hacen falta para neutralizarlo; a este número de centímetros cúbicos se le añade su décima parte, y con los centímetros cúbicos de sosa al décimo resultantes se determina la acidez por la tabla IV, puesto que hemos operado con 10 c. c. de vino.

La acidez volátil se expresará, en los boletines de análisis, en ácido acético, con una decimal.

VI.—DETERMINACIÓN DE LAS MATERIAS MINERALES

1.^o *Método por incineración.*—Cincuenta centímetros cúbicos de vino colocados en una cápsula de platino de fondo plano se ponen a evaporar al baño maría; se carboniza el residuo sobre una pequeña

llama hasta que no desprenda vapores, evitando el calentar demasiado fuerte para que no haya pérdidas por proyección. Se introduce la cápsula en un horno de mufla y se incinera a temperatura no superior al rojo naciente; cuando la incineración es completa se deja enfriar la cápsula en un desecador, se pesa rápidamente y, deduciendo la tara, el resultado, multiplicado por 20, dará la proporción de cenizas por litro.

Si la incineración se hace con dificultad, se humedecen las cenizas aún carbonosas con algunos centímetros cúbicos de agua destilada; se deseca y se calienta de nuevo al rojo naciente, pudiendo repetirse esta operación hasta la desaparición completa del residuo carbonoso. El peso de las cenizas se expresará en los boletines, aproximadamente, con dos decimales.

2. *Método electroquímico de Dutoit et Duboux* (1). Es muy rápido y suficientemente exacto, en general, para emplearlo una vez determinada la conductibilidad eléctrica específica del vino a 25°, y conocido su grado de alcohol se aplicará la fórmula

$$C = \frac{(m \times 10^5 + n)(1 + 20)}{3340}$$

en la cual:

C Cantidad de materias minerales en gramos por litro.

m Conductibilidad específica del vino a 25°.

n Coeficiente de corrección, variable con *m*.

A Alcohol, en volumen por 100.

Los valores de *n* vienen dados por la siguiente tabla:

Cuando $m \times 10^5$ está comprendido entre	<i>n</i> =
125-149.....	3
150-174.....	6
175-199.....	9
200-224.....	12
225-249.....	15
250-274.....	18
275-299.....	22
300-324.....	26
325-349.....	30
350-374.....	34
375-399.....	38
400-424.....	42
425-449.....	46
450-474.....	50



(1) Para la técnica de este método véase la obra *L'analyse des vins par volumétrie physicochimique*, de MM. Dutoit et Duboux. Lausanne, 1912.

VII.—DETERMINACIÓN DE LOS SULFATOS

Método aproximado fijando límites (mayor o menor que un gramo y mayor o menor que dos gramos por litro).—En un tubo de ensayo se ponen 10 c. c. de vino y se añaden uno o dos centímetros cúbicos de líquido gipsométrico especial (cuya preparación se indica en el sitio correspondiente), según se quiera determinar el primero o segundo límite; se agita y se filtra sobre un pequeño embudo, recogiendo el líquido filtrado en otro tubo de ensayo y repitiendo la filtración hasta que el líquido recogido resulte completamente brillante.

A este líquido se añaden un par de gotas de licor gipsométrico; si el líquido no se enturbia, aun después de agitar, la cantidad de sulfatos del mismo será inferior o a lo más igual al límite que se investiga; si se produce enturbiamiento, la cantidad de sulfatos será superior a dicho límite.

Método gravimétrico.—Cincuenta centímetros cúbicos de vino acidulado con un centímetro cúbico de ácido clorhídrico y colocados en un vaso de Bohemia se calienta sobre una tela metálica; cuando están en ebullición, se añaden cinco centímetros cúbicos de una solución de cloruro bárico al 10 por 100 (cantidad, en general, suficiente para precipitar todos los sulfatos); se deja hervir durante algunos instantes y reposar después en caliente cuatro o cinco horas.

Se recoge el precipitado de sulfato de barita sobre un filtro de cenizas conocidas y se lava repetidas veces con agua caliente hasta que las aguas de lavado no se enturbien con el nitrato de plata.

Se desecan filtro y precipitado, y luego se calcinan e incineran en una cápsula o crisol de platino.

Se humedece el contenido de la cápsula con un poco de ácido sulfúrico, se deja evaporar éste y, calcinando ligeramente, se pesa, después de dejar enfriar la cápsula en un desecador.

El peso de sulfato de barita, multiplicado por 14,94, dará la cantidad de sulfato por litro expresado en sulfato potásico.

Los sulfatos se expresarán en el boletín de análisis con una decimal.

Método electroquímico.—Se colocan 50 c. c. de vino en el vaso electrolítico y se construye la gráfica, resultando de las adiciones sucesivas de cantidades conocidas de una solución de hidrato de barita N. 4.

El número de centímetros cúbicos de barita gastados hasta hallar el mínimo de la gráfica, multiplicado por 0,435, dará la cantidad de sulfatos, expresados en gramos de sulfato potásico por litro.

Para la técnica de este método véase la obra *L'analyse des vins par volumetrie physicochimique*, de MM. Dutoit y Duboux, Lausanne, 1912.

VIII.—DETERMINACIÓN DE LAS MATERIAS REDUCTORAS

En determinaciones exactas deberá hacerse la determinación del azúcar reductor por el método gravimétrico; el volumétrico se empleará solamente en determinaciones aproximadas o para ensayos previos.

Metodo gravimétrico.—*a) Preparación del vino.* — Se toman 100 centímetros cúbicos de vino y se neutralizan exactamente con una solución de sosa cáustica; se evapora el líquido hasta reducir su volumen al tercio del primitivo; se trasvaza el residuo a un matraz calibrado de 100 c. c.; se deja enfriar y se completa el volumen hasta 100 centímetros cúbicos con agua destilada; se añaden 10 c. c. de subacetato de plomo y se filtra sobre filtro seco. A 80 c. c. del líquido filtrado se añaden 7,3 c. c. de una solución saturada (a 20° C. de temperatura) de sulfato de sodio, para precipitar el exceso de plomo, y se agitará y se filtrará. Este líquido filtrado es el que se empleará para la determinación del azúcar; pero como con las operaciones anteriores el volumen del vino ha aumentado en un quinto, habrá que tenerlo en cuenta al hacer el cálculo de la cantidad de azúcar que dicho vino contiene.

b) Determinación del azúcar.—El vino no debe contener para esta determinación más de un gramo de azúcar en 100 c. c.; debe, pues, hacerse un ensayo previo por el método volumétrico (que abajo se describe), para determinar aproximadamente la cantidad de azúcar; si esta cantidad fuese superior a la fijada anteriormente, se diluirá con agua destilada el vino decolorado, según *a*), en la proporción conveniente, para que el tanto por ciento de azúcar no pase del límite señalado.

Se ponen en una cápsula de porcelana 50 c. c. de líquido Fehling (véase la preparación de este líquido en el sitio correspondiente) y 25 centímetros cúbicos de agua destilada, se hace hervir, y cuando está el líquido en plena ebullición se añaden 25 c. c. del vino preparado como se ha dicho; se mantiene la ebullición durante dos minutos exactamente y se filtra en caliente sobre amianto en un crisol de Gooch o en un tubo de Allihn previamente tarados; se lava sucesivamente el precipitado con agua destilada hirviendo, con alcohol y con éter, y se oxida el precipitado de óxido de cobre, calentándolo al rojo sombra en una corriente de aire; se obtiene el óxido de cobre formado pesando el crisol o tubo, y deduciéndole de este peso la tara anteriormente hallada; el peso del óxido de cobre formado, multiplicado por el coeficiente 0,799, nos dará el cobre existente en dicho óxido, y se buscará la cantidad de azúcar reductor que corresponde al peso de cobre hallado en la tabla VI, que más abajo se consigna. (Páginas 40 y 41.)

Tabla VI para la determinación de las mat.

Cobre	Azúcar reductor						
Mg.	Mg.	Mg.	Mg.	Mg.	Mg.	Mg.	Mg.
10	6,1	63	52,3	110	60,7	169	89,2
11	6,6	64	52,8	117	61,2	170	89,7
12	7,1	65	53,3	118	61,7	171	90,3
13	7,6	66	53,8	119	62,3	172	90,8
14	8,1	67	54,3	120	62,8	173	91,4
15	8,6	68	54,8	121	63,3	174	91,9
16	9,0	69	55,3	122	63,9	175	92,4
17	9,5	70	55,8	123	64,4	176	93,0
18	10,0	71	56,3	124	64,9	177	93,5
19	10,5	72	56,8	125	65,5	178	94,1
20	11,0	73	57,3	126	66,0	179	94,6
21	11,5	74	57,8	127	66,5	180	95,2
22	12,0	75	58,3	128	67,1	181	95,7
23	12,5	76	58,8	129	67,6	182	96,2
24	13,0	77	59,3	130	68,1	183	96,8
25	13,5	78	59,8	131	68,7	184	97,3
26	14,0	79	40,4	132	69,2	185	97,8
27	14,5	80	40,8	133	69,7	186	98,4
28	15,0	81	41,3	134	70,3	187	99,0
29	15,5	82	41,8	135	70,3	188	99,5
30	16,0	83	42,3	136	71,3	189	100,1
31	16,5	84	42,8	137	71,9	190	100,6
32	17,0	85	43,4	138	72,4	191	101,2
33	17,5	86	43,9	139	72,9	192	101,7
34	18,0	87	44,4	140	73,5	193	102,3
35	18,5	88	44,9	141	74,0	194	102,9
36	18,9	89	45,4	142	74,5	195	103,4
37	19,4	90	46,9	143	75,1	196	104,0
38	19,9	91	47,4	144	75,6	197	104,6
39	20,4	92	47,9	145	76,1	198	105,1
40	20,9	93	48,4	146	76,7	199	105,7
41	21,4	94	48,9	147	77,2	200	106,3
42	21,9	95	49,5	148	77,8	201	106,8
43	22,4	96	50,0	149	78,3	202	107,4
44	22,9	97	50,5	150	78,9	203	107,9
45	23,4	98	51,1	151	79,4	204	108,7
46	23,9	99	51,6	152	80,0	205	109,1
47	24,4	100	52,1	153	80,5	206	109,6
48	24,9	101	52,7	154	81,0	207	110,2
49	25,4	102	53,2	155	81,6	208	110,8
50	25,9	103	53,7	156	82,1	209	111,3
51	26,4	104	54,3	157	82,7	210	111,9
52	26,9	105	54,8	158	83,2	211	112,5
53	27,4	106	55,3	159	83,8	212	113,0
54	27,9	107	55,9	160	84,3	213	113,6
55	28,4	108	56,4	161	84,8	214	114,2
56	28,3	109	56,9	162	85,4	215	114,7
57	29,8	110	57,5	163	85,9	216	115,3
58	29,3	111	58,0	164	86,5	217	115,8
59	30,8	112	58,5	165	87,0	218	116,4
60	30,3	113	59,1	166	87,6	219	117,0
61	31,8	114	59,6	167	88,1	220	117,5
62	31,8	115	60,1	168	88,6	221	118,1

as reductoras por el método gravimétrico.

Cobre	Azúcar reductor						
—	—	—	—	—	—	—	—
<i>Mg.</i>	<i>Mg.</i>	<i>Mg.</i>	<i>Mg.</i>	<i>Mg.</i>	<i>Mg.</i>	<i>Mg.</i>	<i>Mg.</i>
222	118,7	275	149,0	328	180,4	381	213,0
223	119,2	276	149,5	329	181,0	382	213,6
224	119,8	277	150,1	330	181,6	383	214,3
225	120,4	278	150,7	331	182,2	384	214,9
226	120,9	279	151,3	332	182,8	385	215,5
227	121,5	280	151,9	333	183,5	386	216,1
228	122,1	281	152,5	334	184,1	387	216,8
229	122,6	282	153,1	335	184,7	388	217,4
230	123,1	283	153,7	336	185,4	389	218,0
231	123,7	284	154,3	337	186,0	390	218,7
232	124,3	285	154,9	338	186,6	391	219,3
233	124,9	286	155,5	339	187,2	392	219,9
234	125,5	287	156,1	340	187,8	393	220,5
235	126,0	288	156,7	341	188,4	394	221,2
236	126,6	289	157,2	342	189,0	395	221,8
237	127,2	290	157,8	343	189,6	396	222,4
238	127,8	291	158,4	344	190,2	397	223,1
239	128,3	292	159,0	345	190,8	398	223,7
240	128,9	293	159,6	346	191,4	399	224,3
241	129,5	294	160,2	347	192,0	400	224,9
242	130,0	295	160,8	348	192,6	401	225,7
243	130,6	296	161,4	349	193,2	402	226,4
244	131,2	297	162,0	350	193,8	403	227,1
245	131,8	298	162,6	351	194,4	404	227,8
246	132,3	299	163,2	352	195,0	405	228,6
247	132,9	300	163,8	353	195,6	406	229,3
248	133,5	301	164,4	354	196,2	407	230,0
249	134,0	302	165,0	355	196,8	408	230,7
250	134,6	303	165,6	356	197,4	409	231,4
251	135,2	304	166,2	357	198,0	410	232,1
252	135,8	305	166,8	358	198,6	411	232,8
253	136,3	306	167,3	359	199,2	412	233,5
254	136,9	307	167,9	360	199,8	413	234,3
255	137,5	308	168,5	361	200,4	414	235,0
256	138,1	309	169,1	362	201,1	415	235,7
257	138,6	310	169,7	363	201,7	416	236,4
258	139,2	311	170,3	364	202,3	417	237,1
259	139,8	312	170,9	365	203,0	418	237,8
260	140,4	313	171,5	366	203,6	419	238,5
261	140,9	314	172,1	367	204,2	420	239,2
262	141,5	315	172,7	368	204,8	421	239,9
263	142,1	316	173,3	369	205,5	422	240,6
264	142,7	317	173,9	370	206,1	423	241,3
265	143,2	318	174,5	371	206,7	424	242,0
266	143,8	319	175,1	372	207,3	425	242,7
267	144,4	320	175,6	373	208,0	426	243,4
268	144,9	321	176,2	374	208,6	427	244,1
269	145,5	322	176,8	375	209,2	428	244,9
270	146,1	323	177,4	376	209,9	429	245,6
271	146,7	324	178,0	377	210,5	430	246,3
272	147,2	325	178,6	378	211,1	431	247,0
273	147,8	326	179,2	379	211,7	432	247,7
274	148,4	327	179,8	380	212,4		

Esta cantidad de azúcar es la que existe en los 25 c. c. del líquido empleado; se calculará la cantidad que corresponde al litro de vino, teniendo en cuenta el aumento de volumen de 1,5 por la preparación del vino y la dilución en el caso que se haya efectuado. El resultado se expresará en los boletines, en gramos por litro, con una cifra decimal.

Método volumétrico aproximado.—El vino se prepara según se ha explicado para el método gravimétrico a).

Se dispone una serie de tubos Violet (tubos de ensayo de unos dos centímetros de diámetro y 25 cm. de altura), y en cada uno de ellos se ponen cinco centímetros cúbicos del vino decolorado; en el primer tubo se añaden 1/2 c. c. de líquido Fehling; en el segundo, un centímetro cúbico; en el tercero, 1,5, etc.; se introducen todos los tubos Violet en un baño maría hirviendo hasta que todo el óxido de cobre formado se haya precipitado; se deja reposar hasta que el líquido esté completamente claro y se determina por comparación en cuál de los tubos es mayor la decoloración (en aquel en que no se note ni el color azul ni amarillo, exceso o defecto de licor Fehling); anotando el número de centímetros cúbicos de líquido Fehling gastados en dicho tubo, se deducirá la cantidad de azúcar reductor que el vino contiene, teniendo en cuenta que un centímetro cúbico de dicho líquido Fehling corresponde a 1,20 gr. de azúcar por litro.

El resultado se expresará en gramos y medios gramos de azúcar reductor por litro.

En el caso de que se quiera llevar algo más lejos la relativa exactitud de este método, puede añadirse el líquido Fehling aumentando en cada tubo 1/10 c. c. en lugar de 1/2 c. c., como se ha explicado.

Puede operarse también, volumétrica y aproximadamente, con una bureta, dividida en décimas de centímetro cúbico, que contenga el vino decolorado y reduciendo con él el líquido de Fehling dispuesto en tubo de Violet.

IX.—DETERMINACIÓN DEL GAS SULFUROSO TOTAL

Método aproximado o preliminar.—Es utilizable sólo para vinos blancos y rosados, y se aplicará en todos los casos en que no se requiera gran precisión o se sospeche que la cantidad de gas sulfuroso no está muy próxima a los límites admitidos.

Se medirán con una pipeta 20 c. c. de vino, que se introducirán en una pequeña botella, o mejor en un tubo ancho con bola, cerrado por

un extremo; se añadirán 10 c. c. de una solución alcalina, se cerrará el tubo o botella, se agitará el líquido, invirtiéndolo cuatro o cinco veces, y se dejará en reposo durante quince minutos, al cabo de los cuales se añadirán cinco centímetros cúbicos de una solución de ácido sulfúrico y un poco de solución de engrudo de almidón.

Inmediatamente se verterá sobre el vino, de centímetro cúbico en centímetro cúbico primero, y luego gota a gota, una solución de yodo N/10, hasta que persista la coloración azul o violada producida por yoduro de almidón, procurando a cada nueva adición cerrar el tubo y agitarlo, invirtiéndolo dos o tres veces.

El número de centímetros cúbicos de líquido de iodo empleados, multiplicado por el factor 32, dará, en miligramos por litro, el anhídrido sulfuroso total contenido en el vino.

Para la preparación de los reactivos indicados, véase el lugar correspondiente.

Método exacto.—Se aplicará cuando se requiera gran precisión en la determinación o cuando la cantidad hallada en el ensayo volumétrico pueda inducir a dudas respecto a si se halla por encima o debajo del límite admitido por las leyes.

Deberá aplicarse siempre para los vinos tintos.

El método a seguir será el de Haas.

Se preparará un aparato destilatorio compuesto de un matraz de unos 400 c. c., cerrado por un tapón de caucho atravesado por tres tubos de vidrio, uno de ellos que llegará hasta el fondo del matraz, permitiendo la comunicación a voluntad (mediante espita o pinza) con un aparato productor de gas carbónico; el segundo tubo será un tubo embudo, cerrado con un tapón de caucho, y el tercero será simplemente de desprendimiento, en comunicación con un refrigerante, en cuya parte terminal del serpentín se adaptará un tubo de absorción, cuya extremidad afilada se introducirá en un matraz de 250 c. c. hasta tocar el fondo.

Se empezará por expulsar al aire del aparato mediante una corriente de gas carbónico, luego se introducirá en el matraz una solución de yodo N/50 en cantidad algo superior a la que el ensayo volumétrico preliminar haya indicado ser necesaria, bastando en general unos 50 c. c.; seguidamente se verterá por el tubo embudo 100 c. c. de vino medidos con una pipeta, y después cinco centímetros cúbicos de ácido fosfórico siruposo, cerrando finalmente dicho tubo embudo.

Se calentará al propio tiempo que se hará pasar una débil co-

rriente de gas carbónico y se llevará la destilación hasta reducción a la mitad del volumen del vino. El ácido sulfuroso pasa con el destilado, siendo oxidado por el iodo y transformado en ácido sulfúrico. Si durante la destilación el líquido del matraz quedase casi descolorado, inmediatamente se añadirá una cantidad prudencial de solución de iodo.

Se desalojará, por suave ebullición, el exceso de iodo del contenido del matraz, se acidulará con ácido clorhídrico, precipitará por el cloruro bárico, filtrará, lavará, calcinará y pesará. Multiplicando el peso neto por 2.7455, se tendrá, en gramos por litro, el anhídrido sulfuroso total. Esta cifra deberá indicarse en los boletines en gramos con tres decimales.

X.—DETERMINACIÓN DEL GAS SULFUROSO LIBRE

Método aproximado o preliminar.—Es utilizable únicamente para los vinos blancos y rosados, y se aplicará siempre que no se requiera gran precisión o se sospeche que la cantidad de gas sulfuroso no está muy próxima a los límites admitidos.

Se medirán 50 c. c. de vino y se introducirán en un matraz de cuello largo de unos 100 c. c. de capacidad, procurando mantener la extremidad de la pipeta cerca del fondo, de manera que no se produzca aireación del vino. Se añadirán 10 c. c. de una solución de ácido sulfúrico (obtenida mezclando un volumen de ácido con dos de agua) y 10 ó 12 gotas de una solución de almidón.

Inmediatamente se verterá sobre el vino, gota a gota, una solución de iodo N.º 50, hasta que la coloración azul o violeta producida por el yoduro de almidón persista durante algunos instantes luego de haber agitado el líquido cuatro o cinco veces.

Esta determinación debe llevarse lo más rápidamente posible.

El número de centímetros cúbicos de líquido de iodo empleados, multiplicado por el factor 12,8, dará, en miligramos por litro, el anhídrido sulfuroso libre contenido en el vino.

Método exacto.—Se aplicará cuando se requiera gran precisión en la determinación o cuando la cifra hallada en el preliminar se halle muy cerca o en límite de la dosis admitida por las leyes. Deberá aplicarse siempre para los vinos tintos.

Se determinará, por un primer ensayo, el anhídrido sulfuroso total por el método de Haas, que antes se ha descrito; por un segundo ensayo con el mismo aparato, pero aplicando el método Mathieu

y Billon, se hallará el combinado. La diferencia entre los dos ensayos dará el anhídrido sulfuroso libre.

El anhídrido sulfuroso combinado se determinará, según dicho método, ya directamente en el líquido destilado, ya por diferencia en el residuo de la destilación. Se operará del modo siguiente:

Se introducirán en un matraz de unos 250 c. c. 30 ó 40 c. c. de la solución de yodo N/50, cuyo matraz se colocará debajo del tubo de bola o de absorción del aparato, de forma que su extremo afilado quede sumergido en la solución de yodo; se dará paso a la corriente de anhídrido carbónico durante algunos minutos, para que quede expulsado todo el aire del aparato y no pueda actuar sobre el gas sulfuroso del vino oxidándolo.

Mientras dura esta operación preliminar se medirán 10 c. c. de vino a ensayar, se introducirán en un pequeño matraz, se añadirán algunas gotas de engrudo de almidón y se dejará caer de una bureta la solución de yodo N/50 hasta que aparezca muy netamente la coloración azul, no importando que se pase del límite. Sea n el número de centímetros cúbicos gastados.

Se tomarán 100 c. c. de vino y se introducirán en el balón o matraz del aparato por el tubo-embudo, se añadirán dos centímetros cúbicos de ácido clorhídrico; luego $10 \times n$ de líquido de yodo, y al cabo de algunos minutos, $10 \times n$ de la solución de arsenito de sodio (véase en su lugar correspondiente la preparación de este líquido). Inmediatamente se cerrará el tubo-embudo.

Se dejará actuar el arsenito durante algunos minutos y se destilará hasta reducir a una mitad el volumen total. Se cesará de calentar (en este momento se tomarán precauciones para evitar la absorción del líquido del matraz), y se retirará el matraz junto con el tubo de absorción, el cual se lavará con agua destilada, añadiendo las aguas de lavado al líquido destilado.

Sobre el producto destilado se determinarán los sulfatos por el método clásico gravimétrico al estado de sulfato bárico, después de haber desaloado previamente el yodo en exceso por ebullición suave.

El peso del sulfato, multiplicado por 2,7455, da en gramos por litro el peso de anhídrido sulfuroso combinado.

Como comprobación de este resultado, se determinarán los sulfatos en el residuo de la destilación del gas sulfuroso total (método de Haas), lo que nos dará el peso de los sulfatos existentes en el vino; por otra parte, se determinarán los sulfatos en el residuo de la des-

tilación del gas sulfuroso combinado. La diferencia dará los sulfatos procedentes de la oxidación del gas sulfuroso libre, los cuales, expresados en SO_2 , darán las dosis de anhídrido sulfuroso libre por litro.

La media entre las dos cifras halladas deberá aceptarse como resultado final de esta determinación.

Si durante la destilación se observase que el iodo del matraz que recibe el destilado se decolora excesivamente, se añadirán algunos centímetros cúbicos más de la solución de iodo.

En los vinos dulces y mostos deberá recogerse un volumen mayor de destilado (1).

El anhídrido sulfuroso libre deberá expresarse en los boletines en gramos con tres cifras decimales.

XI.—INVESTIGACIÓN DE LAS MATERIAS COLORANTES

Deberán hacerse los tres ensayos siguientes, que son los adoptados oficialmente en Francia:

1.º Se alcalinizan 50 c. c. del vino a ensayar, se les añade 15 centímetros cúbicos de alcohol amílico, por completo incoloro, y se agita perfectamente. El alcohol amílico no debe colorearse con dicha agitación. Si se conserva incoloro, se decanta, se filtra y se acidifica con el ácido acético, debiendo conservarse también incoloro.

2.º Se trata el vino por una solución de acetato de mercurio (véase en su sitio la preparación) hasta que no cambie de color la laca que se forma, y se añade luego magnesia en cantidad suficiente para que se obtenga un líquido alcalino; se hierva y se filtra. Al líquido filtrado se le añade un pequeño exceso de ácido sulfúrico diluido, con cuya adición dicho filtrado debe conservarse incoloro.

3.º En una cápsula de porcelana de siete a ocho centímetros de diámetro se vierten 50 c. c. del vino a ensayar, se les añade una o dos gotas de ácido sulfúrico al décimo, se sumerge en el vino una hebra de lana blanca, y permaneciendo ésta dentro del líquido, se hierva éste durante cinco minutos, exactamente, añadiendo agua hirviendo a medida que el líquido se va evaporando.

Se retira luego la hebra de lana y se la lava en una corriente de agua.

La hebra, una vez lavada, deberá tener a lo sumo un ligerísimo tinte rosa sucio, y sumergida en el agua amoniacial, deberá tomar un tinte verde sucio poco pronunciado.

(1) *Rapport du V Congrès International d'Chimie appliquée*. Berlin, 1903. VIII Section, volume IV.

Si alguno de los tres ensayos anteriores da resultados diferentes a los indicados, deberá deducirse la existencia de materia colorante no natural en el vino analizado.

Para la investigación del caramelo, véase más adelante.

XII.—DETERMINACIÓN DEL ÁCIDO TÁRTRICO TOTAL

Método Pasteur-Reboul.—Tómense 50 c. c. de vino y adicioneseles dos centímetros cúbicos de una solución de bromuro potásico, siendo evaporados después hasta consistencia de jarabe, de una fluidez tal, que permita la precipitación de los cristales voluminosos de crémor que se formarán.

La cápsula es en seguida cubierta y conservada cuatro o cinco días en local fresco.

Pasado este tiempo, se procederá a efectuar tres o cuatro lavados, con 10 ó 15 c. c. cada uno, con una solución alcohólica a 45°, saturada de bitartrato, y se determina, previa disolución en caliente, la acidez de dichos cristales por medio de líquido de sosa, décimo normal; el número de centímetros cúbicos gastados, multiplicados por 0,2995, dará el número de gramos por litro de ácido tártrico total, que se expresará en los boletines con una decimal.

Método electroquímico.—Como el método anterior, es de mucha duración, en los casos en que pueda convenir una determinación rápida y sólo aproximada, se empleará el método MM. Dutoit y Deboux a base de la conductibilidad eléctrica.

Para ello se introducirán en el frasco electrolítico 30 c. c. de vino, ocho de ácido acético glacial, de uno a 1,5 de amoníaco N. de 0,4 a 0,5 c. c. de una solución saturada de acetato de uranilo y 90 c. c. de alcohol.

Se construirá la gráfica correspondiente empleando la barita N/4.

La cantidad de ácido tártrico total, por litro, se obtendrá por la fórmula

$$X = (a \times 33,3 - n) 0,01875,$$

en la que a representa el número de centímetros cúbicos de reactivo consumidos hasta el punto singular, y n , el número de centímetros cúbicos por litro que corresponden a los sulfatos del vino, determinados previamente por vía electroquímica con el mismo reactivo.

Consúltese, para la técnica operatoria de este método, la obra va citada de MM. Dutoit y Deboux.

XIII.—DETERMINACIÓN DE LA POTASA TOTAL

Pónganse 20 c. c. de vino en una botella cónica (matraz de Erlenmeyer) de fondo plano, de cabida 250 c. c. Añádase un centímetro cúbico de una solución al 10 por 100 de ácido tártrico en agua alcoholizada hasta 20° y 40 c. c. de una mezcla de volúmenes iguales de éter a 60° y de alcohol a 90°: agítese y déjese el matraz en reposo durante tres días a la temperatura ordinaria.

Transcurrido este tiempo, decántese el líquido que contiene el matraz sobre un filtro sin pliegues y lávese éste y el filtro con una pequeña cantidad de la mezcla etéreo alcoholica.

Para eliminar las pequeñas cantidades de ácido tártrico libre que puedan quedar en el filtro, viértanse en los bordes de éste, gota a gota, alcohol de 95°, luego introduzcase el papel filtro en el matraz, añádanse 40 c. c. de agua caliente para disolver el precipitado de bitartrato, que está adherido a las paredes del matraz; manténgase unos instantes a un calor suave, y luego añádase una solución alcoholica de fenolftaleína al 1 por 100. Determinese la acidez con una solución de sosa cáustica N.20.

Del número de centímetros cúbicos de esta solución necesarios para obtener la saturación, multiplicando por 0,47 y añadiendo después 0,2, se obtendrá la cantidad de bitartrato correspondiente a la potasa total.

Para calcular ésta bastará multiplicar por el coeficiente 0,2925

El resultado se expresará en los boletines en gramos por litro, con una decimal.

XIV.—DETERMINACIÓN DEL ÁCIDO LÁCTICO

Se procederá con arreglo al siguiente método, que es el que se sigue oficialmente en Suiza:

Se vierte en una cápsula de porcelana el residuo de la determinación de los ácidos volátiles, según el método alemán, y se neutraliza exactamente por medio del agua de barita, valiéndose como indicador de papel azolitmina. Se añaden de cinco a 10 c. c. de una solución de cloruro bárico al 10 por 100; se reduce por evaporación hasta 25 c. c., y se neutraliza nueva y exactamente por medio del agua de barita. Se añade luego, por pequeñas cantidades y con precaución, a medida que se va removiendo el líquido, alcohol puro de 95° hasta que se obtenga de 70 a 80 c. c. de líquido.

El contenido de la cápsula, que deberá lavarse con alcohol, se ver-

terá en una probeta graduada de 100 c. c., provista de un tapón de vidrio, y se añadirá alcohol hasta dicha medida. Se dejará reposar y se filtrará en embudo cubierto sobre un filtro plegado y seco. Se evaporarán en una cápsula de platino (y después de haber añadido una pequeña cantidad de agua) 30 c. c. del líquido filtrado, calcinando luego el residuo resultante sin que sea preciso llevar la calcinación hasta que las cenizas sean completamente blancas.

Se determina, por último, la alcalinidad de estas cenizas por el método que se indicará más adelante. Un centímetro cúbico de sosa cáustica corresponde a 90 mg. de ácido láctico, debiendo tenerse cuidado de no emplear más que 80 c. c. del líquido filtrado, como se ha indicado.

Debe tenerse en cuenta que cuando se trata de un vino rico en azúcar el procedimiento que acaba de indicarse no da resultados exactos.

La cantidad de ácido láctico se expresará en los boletines en gramos por litro, con una decimal.

XV.—INVESTIGACIÓN Y DETERMINACIÓN DEL ÁCIDO CÍTRICO

Se empleará el siguiente método de Denigés: Se agitan con una varilla de vidrio, en una cápsula de porcelana, 10 c. c. de vino con un gramo o gramo y medio de blóxido de plomo y dos centímetros cúbicos de una solución de sulfato de mercurio (óxido mercúrico, cinco gramos; ácido sulfúrico concentrado, 20 c. c.; agua destilada, 100 centímetros cúbicos) y se filtra.

Si el filtrado no sale limpio, se repite la filtración.

Se recogen, en un tubo de ensayo, de cinco a seis centímetros cúbicos de filtrado, se calientan hasta ebullición y se les añade gota a gota (hasta 10 gotas) una solución de permanganato potásico al 2 por 100, agitando después de la adición de cada gota y mientras se va produciendo una decoloración.

Los vinos naturales sometidos a este tratamiento no presentan más que un ligero enturbiamiento, parecido a un velo, debido a las trazas de ácido cítrico que contiene normalmente.

En cambio, a la dosis de 0,10 gr. por litro, el enturbiamiento es claramente acusado y es acompañado de un precipitado nuboso a partir de 0,40 gr. por litro.

Una vez comprobada la existencia de ácido cítrico en un vino, podrá evaluarse aproximadamente su cuantía por medio de ensayos

comparativas con soluciones de ácido cítrico de valor conocido y con vinos naturales analgésicos adicionados y no adicionados de dicho ácido.

XVI.—INVESTIGACION DEL ÁCIDO OXÁLICO

Se seguirá el siguiente procedimiento, que es el adoptado oficialmente en Suiza:

Trátese 50 c. c. por una solución de cloruro cálcico y por el amoniaco con el objeto de precipitar los oxalatos y los fosfatos. El precipitado obtenido se lava y se disuelve en ácido clorhídrico diluido; se alcaliniza la solución por el amoniaco, y después se le acidifica por el ácido acético. En el caso en que el precipitado no se haya disuelto por completo, se examinará al microscopio para identificar el oxalato cálcico.

XVII.—DETERMINACIÓN DEL TANINO Y MATERIAS ASTRINGENTES

Se empleará el procedimiento Lowenthal, modificado por Carpené y Pi, operando del modo siguiente:

Se extraerá del centro del envase la muestra del vino a ensayar y se filtrará. Del filtrado se medirán exactamente cinco ó 10 c. c., según que sean más o menos ricos en principios astringentes. Generalmente, los vinos tintos deben ser analizados bajo el volumen de cinco centímetros cúbicos; los rosados y los blancos ordinarios exigen 10. En los muy blancos pueden ser precisos hasta 50 c. c. Para decidir el volumen exacto, debe servir de guía el que, al hacer la valoración por medio del permanganato potásico del modo que se describirá en seguida, el volumen de permanganato necesario para descomponer el tanato de cinc debe ser próximamente la mitad del necesario para descomponer el indigo, de suerte que si, por ejemplo, son precisos 10 c. c. de solución permangánica para decolorar 10 c. c. de solución indigótica, la dosis de vino sobre la cual deberá operarse será aquella que exija aprox'madamente cinco centímetros cúbicos de la solución de permanganato.

El número de centímetros cúbicos medidos se vierten en una cápsula de porcelana, en la cual se añaden cinco centímetros cúbicos de la disolución de acetato de cinc (véase en su lugar correspondiente la preparación de éste y demás reactivos necesarios para esta determinación); se mezclan ambos líquidos y se observa si el color del vino se ha modificado.

La mezcla deberá ser alcalina, lo que se averiguará por el papel

de tornasol, y el vino debe tirar al amarillo oscuro. Si no es alcalino, se añadirán algunas gotas de amoniaco. La cápsula de porcelana se pone al baño maría, con el objeto de evaporar la mayor parte del líquido; el agua del baño maría, al entrar en ebullición, su vapor bañará directamente el fondo de la cápsula, y si se tiene cuidado de cortar un poco la llama del mechero, cerrando parcialmente la llave del mismo, la ebullición del agua será lenta y podrá conservarse muchas horas sin que el nivel del agua baje en la caldera de una manera muy sensible, pudiendo emplearse también para conseguirlo un baño de nivel constante.

La evaporación del vino deberá ser muy lenta y podrá abandonarse a sí misma, con la precaución de agitar de vez en cuando la cápsula con un movimiento circular o transversal, para extender el depósito, lo cual favorecerá la operación. Cuando el volumen del vino se haya reducido a menos de los dos tercios del primitivo, se quitará la cápsula del baño-maría, colocándola sobre un soporte, encima de un pequeño mechero; se reemplazará el vino evaporado con agua caliente y se pondrá a hervir. La ebullición debe ser muy suave y durar un minuto aproximadamente. El líquido hirviendo de la cápsula, con su precipitado, se verterán sobre un filtro, con el fin de separar el precipitado del líquido, teniendo gran cuidado en recoger todo el contenido de la cápsula sobre el filtro. Una vez que ha filtrado líquido, se lava, con un cuarto de litro, próximamente, de agua hirviendo, el precipitado de tanato de cinc que quedó en el filtro.

Procediendo de esta suerte se tiene la garantía de haber separado el tanato de cinc de los cuerpos extraños que lo impurificaban.

Se deja escurrir el filtro hasta que el papel esté suficientemente seco; para sacarlo del embudo se levanta con cuidado, y sin perder nada del contenido, se sumerge en un bocal de vidrio (de un volumen superior a dos litros), en el cual se habrá vertido previamente, una capa de agua de algunos centímetros de altura.

Ahora habrá que separar el tanino del cinc, con el cual está combinado; esta separación se consigue por medio del ácido sulfúrico; pero como sobre las paredes de la cápsula de porcelana se encuentra adherida una parte del precipitado de tanato de cinc, deberá disolverse, para verterla también en el bocal. Para ello se llenará la cápsula con agua fría, se medirán 10 c. c. de ácido sulfúrico concentrado y se dejarán caer algunas gotas en la cápsula; el resto del ácido se verterá en el bocal.

El ácido sulfúrico descompone el tanato de cinc y deja el tanino en libertad, de suerte que disolverá el tanato existente en las paredes de la cápsula.

Se verterá en el bocal el agua de la cápsula acidulada con el ácido sulfúrico, repitiendo el lavado varias veces, reuniendo en el bocal todas estas aguas del lavado, agitándolas una vez juntas, así como el filtro, y con ello desaparecerán las últimas trazas del precipitado de tanato de cinc.

De esta suerte se tendrá en el bocal el total de tanino que contenían los centímetros cúbicos de vino con los que se haya operado, así como el cinc del acetato de cinc, el cual queda combinado con el ácido sulfúrico, pero sin estorbar la operación que nos interesa.

Para determinar ahora el tanino, se acabará de llenar el bocal con agua, hasta un trazo que se marque en él señalando dos litros, se añadirán 10 c. c. de disolución de indigotina, y se cargará una bureta con la disolución de permanganato de potasa.

Vírtese gota a gota sobre el contenido del bocal el líquido de la bureta, agitando fuertemente el líquido.

El color azul disminuirá paulatinamente de intensidad, virando a verde, y después al amarillo verdoso, y, por fin, al amarillo sin traza de verde.

En este instante se cierra la bureta y se lee el número de centímetros cúbicos de solución de permanganato que se haya necesitado.

Sea, por ejemplo, 16,5 este número de centímetros cúbicos.

Veamos ahora cómo se calcula el peso del tanino contenido en el vino:

Supongamos que al valorar la solución de sulfoindigotina del modo como se indica en el lugar correspondiente, se gastaron 12,4 c. c. de la solución de permanganato para obtener el color amarillo; ahora han sido necesarios para obtener este mismo color 16,5 c. c., de suerte que $16,5 - 12,4 = 4,1$; serán los centímetros cúbicos de permanganato destruido por el tanino de los centímetros cúbicos de vino con los que se operó.

Sabiendo ahora que cada centímetro cúbico de la solución de permanganato con que se ha operado (véase su preparación en el lugar correspondiente) corresponde a un miligramo de tanino puro, 4,1 serán los miligramos de tanino contenidos en la cantidad de vino sometido al análisis; pero como la transformación del tanino en tanato de cinc y su precipitación por el ácido sulfúrico no son completas, y,

por otra parte, la solubilidad del tanato de cinc en el agua hirviendo no es absolutamente nula, resulta que es preciso multiplicar la cifra obtenida por el coeficiente 1.07 que los autores del método han calculado para compensar dichas causas de error cuando el análisis se efectúa sobre un peso de 10 miligramos de tanino; es decir, cuando el volumen de permanganato necesario para descomponer el tanino se eleva, aproximadamente, a unos 10 c. c., como hemos advertido anteriormente.

Resulta, pues, que en el ejemplo que hemos considerado, en los centímetros cúbicos de vino con que se haya operado, existirán $4.1 \times 1.07 = 4.387$ mg. de tanino, y multiplicando este resultado por el factor conveniente, se obtendrá la cuantía correspondiente al litro de vino.

Por ejemplo: si hemos operado sobre 10 c. c. de líquido, resultará que por litro de vino existirán $4.387 \times 100 = 438$ mg. = 0.438 g. de tanino y materias astringentes, pues hay que tener en cuenta que este método determina el conjunto de cuerpos astringentes análogos al tanino.

El resultado de esta determinación se expresará en los laboratorios en gramos, con dos decimales.

XVIII.—DETERMINACIÓN DE LA GLICERINA

Se adoptará el siguiente método, debido a Trillat:

Viértense 50 c. c. de vino en una cápsula de plata colocada al baño maría.

Se evaporan con precaución a 70° próximamente los dos tercios del líquido. En este momento se agregan cinco gramos de negro animal, pulverizado; se mezcla intimamente con el residuo y se evapora a sequedad completa.

El residuo, después del enfriamiento, se muele y mezcla bien en un mortero con ocho gramos de cal viva.

La mezcla se presenta entonces bajo la forma de un polvo gris, que no se aglutina ni se adhiere a los dedos. Este polvo se coloca en un balón y es fuertemente agitado durante algunos minutos con 30 c. c. de éter acético desecado y libre de alcohol. Se filtra, decantando y cuidando de separar las primeras porciones de líquido, que arrastran al principio un poco de cal, y se repite otra vez el mismo tratamiento.

Se obtiene así un líquido absolutamente claro, conteniendo en disolución la totalidad de la glicerina que se trata de separar. Con este

objeto se evapora en varias veces el éter acético en una cápsula tarada previamente, como la usada para la determinación del extracto seco a 100°, primero al baño maría, a 70°, para desalojar la mayor parte del éter acético, y después, en la estufa, a 60°, hasta peso constante, y se pesa la cápsula.

Las pesadas deberán hacerse con las precauciones exigidas por las propiedades higrométricas del producto.

La glicerina se expresará en los boletines en gramos por litro, sin decimal.

XIX.—INVESTIGACIÓN DE LA MANITA

En un vidrio de reloj se evaporan a baja temperatura de dos a tres centímetros cúbicos del vino a ensayar.

Si éste contiene manita en cantidad apreciable, ésta cristaliza y se presenta al cabo de veinticuatro horas bajo la forma de agujas brillantes, muy finas y sedosas.

XX.—DETERMINACIÓN DEL NITRÓGENO

Se toman 100 c. c. de vino, que se echan en un matraz de Kjeldahl y se evaporan a sequedad.

Se le añaden 15 c. c. de ácido fosfatosulfúrico (que se vende en el comercio ya preparado exclusivamente para esta determinación), y se pone en la boca del matraz un embudo de largo tallo, y se calienta primero como una media hora con un foco calorífico poco intenso; al cabo de este tiempo se calienta hasta que el líquido entre en ebullición, y se mantiene así todo el tiempo necesario para que la materia sólida se disuelva y se obtenga un líquido perfectamente incoloro y transparente.

Se deja enfriar y se añade poco a poco y con precaución unos 50 centímetros cúbicos de agua; se vuelve a dejar enfriar y se traspasa a un matraz de fondo redondo, de un litro de capacidad; se lava varias veces el matraz Kjeldahl con pequeñas porciones de agua y se traspasan al otro matraz, y así se continúa hasta que los líquidos de loción no sean ácidos.

Al matraz que contiene el líquido se le añaden unas gotas de fenolftaleína y luego solución de sosa de 40 por 100 hasta que aparezca el color rojo de la fenolftaleína, e inmediatamente se une al aparato de destilación Aubin y se calienta.

Para recoger el amoniaco desprendido se coloca en el extremo del serpentín un vaso que contenga 10 c. c. de sulfúrico normal.

Cuando el desprendimiento de amoniaco ha cesado, lo que se conocerá en que una gota del líquido destinado no azulee el papel sensible de tornasol, se procede a hacer un ensayo acidimétrico con la sosa normal. La diferencia entre 10 y el número de centímetros cúbicos de sosa que se emplean en el ensayo, multiplicada por 0,14, da el nitrógeno por litro de vino. Esta cantidad se expresará en los boletines con dos decimales.

XXI.—DETERMINACIÓN DE LA ALCALINIDAD DE LAS CENIZAS

A las cenizas procedentes de 50 c. c. de vino, tratadas como se indicó en VI, se les añadirá algunos centímetros cúbicos de agua destilada hirviendo y se añadirán 20 c. c. de ácido sulfúrico N/10. Se introducirá todo el líquido y residuo en un matraz de Erlenmeyer, lavando la cápsula que contiene las cenizas con pequeñas cantidades de agua hirviendo y añadiendo las aguas del lavado al contenido en el matraz de Erlenmeyer, adicionándose luego dos o tres gotas de tintura de fenolftaleína.

Se calentará con precaución sobre una pequeña llama hasta ebullición suave; si se observase que durante ese tiempo el líquido se colorea en rosa, sería señal de que precisa una adición de nueva dosis de ácido sulfúrico N/10.

Sin esperar a que se enfrie, se determina la acidez correspondiente al ácido sulfúrico no combinado mediante una solución de sosa N/10. Hallando la diferencia entre el número de centímetros cúbicos de ácido empleados y el de solución alcalina consumidos en esta última, se tendrá expresada en centímetros cúbicos de solución alcalina N/10, por litro, la alcalinidad de las cenizas.

Se multiplicará dicha diferencia por 0.1380 y el producto será la alcalinidad en gramos por litro evaluada en carbonato potásico. Este valor se expresará con una decimal.

XXII.—DETERMINACIÓN DE LOS CLORUROS

Método volumétrico aproximado.—Se toman 10 c. c. de vino previamente decolorado con negro animal (perfectamente lavado y exento de cloruros) y se neutraliza su acidez con algunas gotas de una solución de carbonato sódico purísimo, pero haciendo de manera que el líquido no resulte muy alcalino. Se añaden unas gotas de solución saturada de cromato potásico, con lo cual el líquido quedará de color amarillo. Se vierte gota a gota el líquido de nitrato de plata especial

(vease su preparación en el lugar correspondiente), agitando continuamente, hasta obtener una coloración rojo-ladrillo no muy intensa. El número de centímetros cúbicos de líquido de nitrato de plata gastados, dividido por 10, dará la cantidad de cloruros por litro del vino ensayado, en cloruro de sodio.

Método electroquímico exacto.—Se colocan 50 c. c. de vino electroquímico y se construye la gráfica resultante de las adiciones de cantidades conocidas de un líquido de nitrato de plata de valor conocido. Del número de centímetros cúbicos gastados, hasta llegar el punto singular de la gráfica, se deducirá exactamente la cantidad de cloruros contenidos en los 50 c. c. de vino, y multiplicando por 20 se tendrá la cantidad de cloruros por litro de vino, expresados en cloruro de sodio.

Los cloruros, en cloruro sódico, se expresarán, en gramos por litro, con un decimal.

XXIII.—DETERMINACIÓN DEL ÁCIDO FOSFÓRICO

En una cápsula de platino se echan 50 c. c. de vino, al cual se añaden 0,5 gr. de una mezcla de una parte de nitrato potásico y tres partes de carbonato sódico, y se evapora a consistencia de jarabe. Se calcina, y el residuo se toma con ácido nítrico diluido; se filtra sobre un vaso de precipitar de unos 200 c. c., se lava con el mismo líquido el carbón, y luego se incinera el filtro con el carbón.

Las cenizas se humedecen con ácido nítrico y se lavan varias veces con agua caliente; se filtra, y el líquido obtenido se añade al primer filtrado. Se le añaden 50 c. c. de nitromolibdato amónico y se calienta durante una media hora en baño María de 80 a 95°. Se deja el vaso en un lugar templado durante seis horas. Luego se decanta el líquido claro sobre un filtro y se lava el vaso cuatro o cinco veces con una mezcla de solución al 10 por 100 de nitrato amónico y ácido nítrico delgado. Luego se disuelve el precipitado que ha quedado en el vaso con amoniaco y se filtra por el mismo filtro. Se lava tres veces el vaso y el filtro con amoniaco; al líquido resultante se le añaden 10 c. c. de amoniaco, agitando este líquido, y, a la vez que se agita, se le añaden, gota a gota, 10 c. c. de mezcla magnesiana y 40 c. c. de amoniaco.

Se deja reposar veinticuatro horas. Se filtra en filtro de 0,00011 gramos de cenizas y lava con agua amoniácal al tercio hasta que el

líquido filtrado, neutralizado por ácido nítrico, no precipite con nitrato argéntico. Se deseche y calcine el filtro.

El peso obtenido se multiplica por 12.792 y nos da el anhidrido fosfórico por litro de vino.

XXIV.—INVESTIGACIÓN DEL ÁCIDO NÍTRICO

Para proceder a esta investigación es convenientísimo hacer previamente un ensayo en blanco, es decir, operar con agua en vez de vino, haciendo todas las manipulaciones anteriores, porque pudiera suceder que el agua, reactivos, filtros, vasos o el negro animal tuvieran nítrico o nitratos.

a) *En los vinos blancos.*—Se toman 10 c. c. de vino y se calienta, para eliminar el alcohol; se decoloran con negro animal y se filtran. Se toma un tubo de ensayo, en que se pone un poco de difenilamina con otro poco de ácido sulfúrico puro, y se agita para disolverlo. Sobre este líquido se añaden cuatro o cinco gotas de vino decolorado, teniendo cuidado que esta adición se haga escurriendo el líquido a lo largo del tubo. Si la superficie de contacto de ambos líquidos toma color azul, es que el vino tiene ácido nítrico o nitratos.

Para investigar cantidades pequeñísimas de ácido nítrico se evaporan 100 c. c. de vino, hasta consistencia de jarabe, en una cápsula de porcelana, en baño maría, y después de enfriamiento se añade alcohol absoluto mientras se produzca precipitado. Se filtra, se evapora el líquido filtrado hasta eliminación completa del alcohol, se toma el residuo con agua, se decolora con negro animal y se evapora hasta unos 10 c. c. y luego se opera como en el caso anterior.

b) *En los vinos tintos.*—Se toman 100 c. c. y se les añaden seis centímetros cúbicos de subacetato de plomo y se filtra. Al filtrado se le añaden cuatro centímetros cúbicos de una solución concentrada de sulfato magnésico y un poco de negro animal. Se filtra, y con el líquido filtrado se opera como en el caso anterior.

c) *Procedimiento general suficiente.*—La investigación de pequeñas cantidades de ácido nítrico no suele tener, en general, gran importancia, pues tiene por objeto determinar si se ha empleado agua conteniendo aquel ácido, y este agua puede haber sido introducida en el vino por el lavado de los utensilios y de los recipientes de vinificación, que suelen retener alguna cantidad. De suerte que, como la reacción anterior es muy sensible, y como en la mayoría de los casos solamente interesaría conocer si se han añadido cantidades relativa-

mente grandes de ácido nítrico, en dichos casos bastará proceder del modo siguiente: Se introducen en un tubo de ensayo 10 c. c. de una solución de 0.1 gramos de difenilamina en 100 c. c. de ácido sulfúrico puro (no empleando soluciones muy concentradas, a veces recomendadas), y se vierten encima cinco centímetros cúbicos de vino, dejándolas manar muy lentamente para que no se mezclen con el ácido sulfúrico (pudiendo ser necesario enfriar enérgicamente el tubo).

Si el vino contiene una cantidad un poco apreciable de ácido nítrico, se producirá en seguida (o más lentamente, si el vino se ha mezclado, en parte con el ácido) una coloración azul en la superficie de contacto de los dos líquidos. Esta coloración se distinguirá fácilmente aun cuando el vino pardee, colocando el tubo delante de una hoja de papel blanco. Este método puede seguirse también con el vino preparado según a).

XXV.—INVESTIGACIÓN DEL ÁCIDO SULFÚRICO LIBRE

En el caso de que la cantidad de sulfatos, en sulfato potásico, sea elevada con relación a la de cenizas, habrá que investigar el ácido sulfúrico libre, para lo cual se empleará el siguiente método, oficial en Francia: Efectúese una determinación del ácido sulfúrico, operando con las cenizas del vino, y trátese éstas por el agua acidulada con ácido clorhídrico. Si la determinación del ácido sulfúrico efectuada sobre las cenizas da un resultado menor que la realizada sobre el vino, se deducirá la presencia de ácido sulfúrico libre.

XXVI.—INVESTIGACIÓN DEL ÁCIDO CLORHÍDRICO LIBRE

En el caso en que la cantidad de cloruros, en cloruro sódico, sea elevada, con relación a la cantidad de cenizas, será preciso proceder a la investigación del ácido clorhídrico libre, para lo cual se destilarán hasta sequedad 50 c. c. de vino y se investigará el ácido clorhídrico en el producto destilado, y si la presencia de dicho ácido se revela claramente por los reactivos usuales se deducirá la presencia del ácido clorhídrico libre en el vino examinado.

XXVII.—DETERMINACIÓN DE LA ALCALINIDAD DE UN VINO

Se evaporan a sequedad 100 c. c. de vino en cápsula de platino; luego se calcina el residuo, con cuidado, a la llama de una lamparilla.

La materia carbónica se agota con agua caliente y se filtra sobre un vaso de precipitar.

El filtro y el carbón que quedan se calcinan nuevamente en la cápsula de platino.

El residuo se disuelve en algunos centímetros cúbicos de ácido clorhídrico caliente, sin preocuparse de las partículas de carbón que quedan; esta solución se añade a la anterior, se hiere, y al líquido hirviendo se le añadirá algunas gotas de solución caliente de cloruro bárico (al 10 por 100) para precipitar por completo los sulfatos; se añaden luego algunas gotas de cloruro férrico, para fijar el ácido fosfórico, y a continuación se elimina el ácido clorhídrico por evaporación a sequedad.

El residuo se toma con agua caliente y se añade una lechada de cal hasta reacción alcalina.

Se filtra y se lava con agua caliente hasta obtener 100 c. c. de líquido filtrado.

Se hiere este líquido y se le añade amoníaco y carbonato amónico, y se mantiene un rato la ebullición y se agita constantemente.

Casi hirviendo se filtra y lava con agua caliente, y el líquido restante se evapora en cápsula de platino.

Se deseca completamente en estufa de aire y se calcina al rojo sombra hasta que comienza la fusión del residuo, para eliminar las sales amoniácales.

El residuo sólido se toma con agua caliente y se filtra, quedando en el filtro la magnesia.

El líquido filtrado se evapora a sequedad en cápsula de platino; después de adición de ácido oxálico puro, se seca y calcina dulcemente; al residuo se le añade nuevamente ácido oxálico y unas gotas de agua y se vuelve a evaporar y calcinar.

Se toma con agua y filtra el líquido obtenido; se evapora y seca otra vez en cápsula de platino y se pesa, lo que nos dará el peso de los cloruros de sodio y potasio.

Se disuelven estos cloruros en agua y se le añade solución de cloruro platínico suficiente; se evapora, casi a sequedad, en baño maría, teniendo la precaución de que entre la cápsula y el baño haya un rodete de cartón.

El residuo se toma con alcohol de 95° y se filtra por filtro doble y lava con alcohol, hasta que el filtrado salga incoloro; se secan los filtros en estufa de vapor de agua y se pesan.

El peso obtenido, multiplicado por 0.307, nos dará el cloruro potásico.

Este peso de cloruro potásico se resta del peso anterior de cloruros y nos dará por diferencia el peso correspondiente de cloruro sódico.

El peso de cloruro potásico, multiplicado por 6.3, da la potasa por litro.

El peso de cloruro sódico, multiplicado por 5.3, da la sosa por litro.

XXVIII.—INVESTIGACIÓN DEL BARIO Y DEL ESTRONCIO

Se evaporan unos 300 c. c. de vino y se incinera el extracto. Las cenizas se funden con una mezcla de carbonato sódico y potásico; el producto fundido se trata por agua y se recoge en un filtro la parte insoluble y se lava mientras haya indicios de sulfato; luego se disuelve en unas gotas de ácido clorhídrico, y en esta solución, que contendrá los cloruros bárico y estronciano, se le reconoce por el espectroscopio. Si hay bario, en el espectro aparecerán muchas rayas amarillas y verdes. Si hay estroncio, una raya amarilla, dos rojas y una azul. Si no se tuviera espectroscopio, se trataría el líquido clorhídrico anterior por sulfato cálcico y daría precipitado al instante, si hay bario, y al cabo de algún tiempo, si hay estroncio.

XXIX.—DETERMINACIÓN DEL COBRE

Se determinará por vía electrolítica en medio litro o un litro de vino, o en sus cenizas, tratadas por el ácido sulfúrico y el ácido nítrico.

Se pesará el metal depositado en el electrodo de platino, se disolverá luego el ácido nítrico y se pondrá el cobre en evidencia por el método usual.

Ese preferible operar sobre la solución de cenizas del vino.

XXX.—DETERMINACIÓN DE OTRAS MATERIAS MINERALES

Se seguirán los métodos usuales en el análisis mineral.

XXXI.—INVESTIGACIÓN DEL ALUMBRE

Se operará según el siguiente método de M. Georges:

Se vierten en un tubo de ensayo 20 c. c. de vino y dos centímetros cúbicos de una solución de tanino puro de 3.40 g. por 100. Se agita y se añaden cuatro centímetros cúbicos de una solución al 24 por 100 de acetato de sosa cristalizada, agitando de nuevo el tubo con su contenido y dejándole luego en reposo, sin dejar de observar el tubo.

Los vinos normales sin alumbre quedan claros o no se enturbian

más que ligeramente; los vinos con alumbre añadido producen, al cabo de algunos minutos, un precipitado grumoso.

En el caso de una reacción positiva se impone la determinación de la alúmina, operando sobre 100 c. c. de vino.

XXXII.—INVESTIGACIÓN DEL ÁCIDO SALICÍLICO

Se toman 20 c. c. de vino y se les añade dos gotas de ácido clorhídrico y 25 c. c. de bencina cristalizable; se agita con precaución durante algunos minutos, de suerte que no se emulsione; después se deja en reposo. Se decanta la bencina, se filtra en un tubo bien limpio, se vierte en el tubo un centímetro cúbico de agua destilada, y seguidamente, gota a gota, una solución muy diluida de percloruro de hierro; se agita y se deja en reposo. El agua que ocupa el fondo se colorea es violeta, si el caldo está salicilado, y será incolora o amarillenta si no está salicilado.

Para evitar la emulsión, la agitación debe hacerse haciendo girar horizontalmente alrededor de su eje el tubo que contiene los dos líquidos.

La solución de percloruro de hierro debe ser rigurosamente neutra y muy diluida. Debe prepararse en el momento de su empleo diluyendo una solución de percloruro de hierro, tan neutra como sea posible, hasta que su coloración sea apenas sensible. La adición del percloruro debe hacerse gota a gota y con precaución, pues un exceso de reactivo hace desaparecer la reacción.

XXXIII.—INVESTIGACIÓN DEL ÁCIDO BÓRICO

Se toman 25 c. c. de vino, que se evaporan e incineran. Las cenizas se tratan por un centímetro cúbico de ácido sulfúrico, y el líquido pastoso se vierte en un pequeño matraz. Se lava la cápsula con tres centímetros de alcohol metílico puro, en dos veces, y se vierte en el matraz. Se tapa en seguida, y se adapta a un refrigerante; se calienta la mezcla, hasta que aparezcan vapores blancos de ácido sulfúrico, y se inflama seguidamente el líquido destilado recogido, evitando una evaporación parcial, después de haberlo trasvasado a un pequeño platillo. La llama, sobre todo cuando se la observa colocándose delante de un fondo negro y evitando una luz demasiado intensa, toma ya una coloración claramente verde, sobre todo al principio, para una cantidad de ácido bórico de una décima de milígramo.

XXXIV.—INVESTIGACIÓN DEL ÁCIDO BENZOICO

Se operará según el siguiente método de M. Robin:

Tómense 50 c. c. de vino y colóquense en una probeta. Adiciónese unas gotas de percloruro de hierro y de ácido clorhídrico, agitando con 50 c. c. de éter sulfúrico, y déjese reposar. Lávese el éter dos veces con agua destilada. Agítense con 25 c. c. de solución alcohólica de bicarbonato de sosa (agua, 100 c. c.; alcohol, de 95°, 30 c. c.; bicarbonato de sosa, un gramo). Colóquese la solución alcalina en una cápsula y evapórese al baño maría hasta sequedad. Déjese enfriar la cápsula y viértase sobre el residuo una mezcla de cinco centímetros cúbicos de ácido sulfúrico puro de 66° y 10 gotas de ácido nítrico, con lo cual se impregnará todo el residuo, y espérese a que haya desaparecido la espuma. Caliéntese sobre una pequeña llama, procurando que ésta no toque al fondo de la cápsula hasta que empiecen a desprendese vapores blancos; la solución debe quedar incolora o amarillo-pálida. Déjese enfriar. Viértase el contenido de la cápsula en un matraz que contenga 50 c. c. de agua destilada y un tírita de papel tornasol rojo. Si el líquido toma un color amarillo, será indicio casi cierto de la presencia de ácido benzoico, y se continuará en la forma siguiente:

Alcalinícese el líquido amarillo por el amoniaco (15 c. c. de amoniaco, a 22°, aproximadamente); déjese enfriar. Viértase gota a gota sulfuro amónico, agitando después cada adición. Si el vino contiene ácido benzoico aparecerá una coloración rojo-anaranjada más o menos intensa, según sea la cantidad contenida.

XXXV.—INVESTIGACIÓN DEL ÁCIDO FLUORHÍDRICO

A 200 c. c. de vino se les añade 20 c. c. de una solución de acetato bárico al 10 por 100; se agita por medio de un agitador y se deja luego en reposo durante un mínimo de quince minutos.

Si el vino es muy pobre en sulfatos, convendrá añadirle, antes que el acetato bárico, y además de éste, algunas gotas de una solución concentrada de sulfato sódico. Fíltrese, y cuando todo el líquido haya pasado por el filtro, lávese éste una o dos veces con agua, déjese escurrir e introduzcase con su contenido dentro de un crisol de platino, e incinérese luego a la mufla o sobre un mechero Bunsen. Déjese enfriar y añádanse a las cenizas dos centímetros cúbicos de ácido sulfúrico purísimo.

Sobre el crisol se coloca un pequeño matraz de vidrio recubierto

previamente en su parte convexa con una capa de cera, de punto de fusión relativamente elevado, sobre la cual se trazan algunos signos o cifras que dejen el cristal perfectamente desnudo.

Este dibujo conviene trazarlo con un estilete o punzón, de madera o hueso, nunca de metales duros que puedan rayar el cristal e inducir a falsas interpretaciones del resultado final de la operación.

A fin de evitar escapes es conveniente interponer entre el crisol y el matraz, bañado en cera, una redondela de caucho.

El matraz se tapa por medio de un tapón, atravesado por dos tubos de vidrio, destinados a hacer pasar por el interior de dicho matraz una corriente continua de agua fría, evitando así que la cera se derrita.

En esta disposición se calienta el crisol sobre una placa de amianto, a fuego muy dulce (un mechero microquímico es suficiente), durante una hora próximamente, al cabo de la cual se retira el matraz del fuego, y se le quita la capa de cera, primero, calentándola, y frotándola luego con bencina.

En presencia de flúo, los trazos o cifras dibujadas en la cara, según hemos dicho, habrán quedado grabados sobre el vidrio del matraz.

La producción de figuras de corrosión, visibles solamente soplando el aliento sobre el matraz, no puede ser considerada como una prueba cierta de la adición de fluoruros en el vino ensayado, mientras que, cuando se trata de un caldo fluorurado, el grabado es limpio y perfecto y directamente visible a simple vista, pudiendo, además, comprobarse, con una lente o por medio de una aguja o punta aguda, que el grabado en hueco existe realmente en la superficie del matraz.

Preparando soluciones de agua destilada con 0,001, 0,002, 0,003, 0,04, 0,05, 0,010, etc.; gramos por 100 de fluoruro amónico (cuerpo que contiene próximamente la mitad de su peso de flúor) y operando con estas soluciones exactamente del mismo modo que hemos indicado para el vino se dispondrá de matraces tipos, cuyos grabados podrán servir de términos de comparación para determinar de un modo aproximado la cantidad de flúor contenida en un vino.

XXXVI.—INVESTIGACIÓN DEL ABRASTOL

En un frasco de 250 c. c. se vierten 50 c. c. de vino, 10 gotas de ácido sulfúrico y 25 gr. de bólido de plomo. Se agita durante cinco

o seis minutos y se filtra en un filtro mojado. El líquido filtrado, que debe ser de una limpidez absoluta, se le agita, previa adición de un centímetro cúbico de cloroformo, y se deja reposar.

El cloroformo, que descenderá al fondo del frasco, será incoloro, si el vino no contiene abrastol, y se coloreará en amarillo si existe dicho cuerpo, alterando la composición del caldo.

La reacción se revela con 0,01 g. de abrastol por litro.

Se recoge el cloroformo y se evapora en una cápsula pequeña de porcelana. El residuo amarillento es tratado por una gota de ácido sulfúrico concentrado, y se coloreará en verde si el vino contiene 0,02 g. o más de abrastol por litro.

XXXVII.—INVESTIGACIÓN DEL CARAMELO

Se operará según el siguiente método de M. Jagerschmid:

Se toman 100 c. c. de vino y se ponen en un vaso de cristal de Bohemia de 250 c. c.; se añade una solución de albúmina, compuesta de partes iguales de clara de huevo fresco y agua destilada, y se calienta hasta coagulación completa de la albúmina. Se filtra y se evapora el filtrado al baño maría en cápsula de porcelana hasta consistencia siruposa. (En vinos dulces debe hacerse esta evaporación a temperatura inferior a 100° para evitar una caramelización parcial del azúcar.)

El residuo se divide en dos partes: una de ellas se emulsiona por el éter; la solución etérea es decantada en una pequeña cápsula de porcelana, y, evaporada a sequedad, se deja caer sobre el residuo una o dos gotas de una solución recientemente preparada de resorcina al 1 por 100 en ácido clorhídrico concentrado: en presencia del caramelo se produce inmediatamente una coloración permanente rojocereza. Esta reacción es muy sensible.

La otra parte del residuo se emulsiona por la acetona, se decanta la solución sobre un filtro y se recoge el filtrado en un tubo de ensayo; se adiciona ácido clorhídrico concentrado, y en presencia del caramelo se producirá una coloración rojo-carmín.

XXXVIII.—EXAMEN POLARIMÉTRICO

Para este ensayo se empleará el vino decolorado y preparado tal como se ha indicado para la determinación de las materias reductoras. La observación polarimétrica se hará en tubo de 20 cm., y su resultado se expresará en grados polarimétricos y fracciones centesimales de grado. La observación polarimétrica debe hacerse con el líquido a 15° C., o, en su defecto, proceder a la oportuna corrección.

XXXIX.—INVESTIGACIÓN DE LA SACAROSA

Si en el examen anterior el vino ha presentado un poder rotatorio a la derecha notable, será preciso investigar la sacarosa y la dextrina. Para ello se procederá del modo siguiente:

Se toman 100 c. c. de vino y se evaporan en cápsula de porcelana hasta reducirlos al tercio de su volumen, se trasvaza el residuo a un matraz calibrado de 100 c. c., se lava la cápsula un par de veces con agua destilada, empleando unos 50 c. c. en estos lavados; las aguas de ellos se incorporan al líquido evaporado, se añade un centímetro cúbico de ácido clorhídrico de 1,19 de densidad y se calienta durante media hora al baño María hirviendo. Se alcaliniza muy ligeramente el líquido con sosa cáustica, se deja enfriar y se completa hasta los 100 c. c. con agua destilada.

En el líquido resultante se determinan las materias reductoras exactamente como se ha indicado en VIII para el vino antes de inversión.

Hallada la cantidad de azúcar contenida en el líquido después de la inversión, se resta de ella la cantidad de azúcar reductor hallada directamente antes de inversión, y la diferencia, multiplicada por 0,95, es la sacarosa.

El resultado se expresará en gramos por litro de vino, con una decimal.

Si en los dos ensayos mencionados, la cantidad de materias reductoras ha resultado igual, se deducirá que el vino examinado no contenía sacarosa, y deberá investigarse la dextrina.

XL.—INVESTIGACIÓN DE LA GOMA ARÁBIGA Y DE LA DEXTRINA

Si el vino que daba, antes de inversión, una notable desviación polarimétrica a la derecha, ha resultado, según XXXIX, no contener sacarosa, se hará nuevo ensayo polarimétrico con dicho líquido después de inversión, y si persiste la desviación a la derecha, se procederá del modo siguiente:

Se mezclan cuatro centímetros cúbicos de vino con 10 c. c. de alcohol de 96°.

Si no se produce más que un ligero enturbiamiento, no existe en el vino ni goma ni dextrina.

Por el contrario, si se produce un precipitado grumoso y viscoso, una parte del cual cae al fondo y la otra parte queda adherida a las paredes del tubo, se deberán evaporar 100 c. c. de vino hasta redu-

cirlos próximamente a cinco centímetros cúbicos, y agitando al mismo tiempo, se añadirá alcohol de 90° hasta que no se produzca más precipitado.

Al cabo de dos horas, se filtrará el precipitado, se le disolverá en 30 c. c. de agua y se introducirá la solución en un balón de unos 100 c. c.

Se añadirá un centímetro cúbico de ácido clorhídrico de 1,12 de densidad, y se cerrará el balón con un tapón atravesado por un tubo de vidrio, de un metro de longitud, abierto por los dos extremos.

Se calentará la mezcla durante tres horas al baño maría hirviendo, y después del enfriamiento, se alcalinizará el líquido con una solución de carbonato sódico, se diluirá hasta volumen determinado y se dosificará, por el método indicado en VIII, el azúcar formado por la transformación de la dextrina o de la goma arábiga; los vinos que no las contienen no deben dar, si acaso, más que trazas por este procedimiento.

XLI.—INVESTIGACIÓN DE LA SACARINA

Se seguirá el siguiente procedimiento de M. Blarez:

a) *Modo operatorio*.—Tómense 200 c. c. de vino, añádase dos gramos de ácido fosfórico siruposo, y se destilan, o bien se evaporan en una cápsula, si no se quiere recoger el alcohol, hasta reducirlo a un poco menos de la mitad.

Se deja enfriar algo y se añade poco a poco, en tres veces, revolviendo con un agitador, cada vez cinco centímetros cúbicos de solución de permanganato de potasa al 5 por 100, esperando a que el color, debido al camaleón, haya desaparecido por completo, y que la reacción, que se manifiesta por un desprendimiento de burbujas gaseosas, haya terminado.

b) *Agotamiento por el éter*.—De todos los disolventes propuestos, el éter ordinario de 65° es el que da mejores resultados desde todos los puntos de vista. En un recipiente de decantación con llave, de un cuarto de litro de capacidad, se introducen 70 ó 75 c. c. de éter, y después de haberlo agitado, se vierte en ellos 50 c. c. de vino, tratado como se ha dicho anteriormente. Se agita vigorosa y vivamente durante dos o tres minutos, repitiendo dos o tres veces la agitación. Déjese en reposo, y entonces los dos líquidos se separan, y en este momento se abre la llave y saldrá el vino agotado. Con el mismo éter se trata el restante vino preparado y se opera del mismo modo que la

primera vez. El éter queda así separado por completo del vino, y seguidamente se filtra.

c) *Determinación del sabor dulce.*—Se evapora en una cápsula de porcelana el éter que ha servido para el agotamiento en las operaciones anteriores. Cuando el residuo se ha secado bien, se pasa la yema del dedo ligeramente humedecida por la pared interior de la cápsula, y se cata. El sabor dulce, que no se atenúa por la impureza del vino, se aprecia perfectamente, siempre que el vino contenga un milligramo de sacarina por litro; con doble dosis, el sabor es muy pronunciado. Si el sabor dulce no se aprecia, no se podrá afirmar la existencia de sacarina en el vino, aun en el caso en que por tratamientos ulteriores obtuviésemos la formación de salicilato de hierro.

d) *Transformación de la sacarina en ácido salicílico.*—Esta transformación se hace por el procedimiento clásico de fusión con la sosa cáustica. Es operación muy delicada, porque es preciso mantener durante un cierto tiempo una temperatura un poco superior a 250°, y no calentar demasiado. Si el residuo tiene un sabor dulce, se le trafa con tres centímetros cúbicos de lejía de sosa, con la cual se lava la cápsula, y se traspasa a un pequeño crisol de plata.

La cápsula de lava con dos centímetros cúbicos de lejía de sosa, y seguidamente el licor alcalino se vierte en el crisol y se mezcla con el que hay ya en él. El crisol se entierra, dos terceras partes, en un pequeño baño de arena calentada directamente por un mechero Bunsen; el agua se evapora y el producto se deseca por completo. Entonces se coge el crisol con una pinza de hierro y se calienta con mucha precaución a la llama de un Bunsen, de modo que todas las partículas del producto sólido que contiene sufran la fusión. Se remueve la masa con un hilo de platino, para favorecer esta fusión, y se deja enfriar.

e) *Extracción del ácido salicílico formado por fusión con la sosa.*—Se vierte en un crisol de dos a tres centímetros cúbicos de agua, y gota a gota, y revolviendo al propio tiempo, se adiciona ácido clorhídrico puro. Se continúa echando hasta que cese toda efervescencia y se haya obtenido un líquido limpio y francamente ácido. Este líquido es incoloro cuando la operación se hizo bien. Se traspasa a un tubo de ensayo algo ancho, se limpia con agua destilada el crisol, se traspasa al tubo de ensayo el agua del lavado hasta obtener unos 15 centímetros cúbicos del líquido. Se asegura de que el líquido es francamente ácido, pero sin un gran exceso. Una vez frío, se vierte en el tubo 25

centímetros cúbicos de bencina cristalizable y se agita fuertemente repetidas veces durante cinco o seis minutos. La bencina extrae el ácido salicílico. Despues de reposo y separación de los líquidos en dos capas, se separa la bencina, que se lava cuidadosamente, agitándola con 10 centímetros cúbicos de agua destilada; se separa ésta y se filtra la primera en un tubo seco sobre un pequeño filtro de papel, que le quita toda el agua del lavado, pues es preciso no dejar pasar ácido clorhídrico alguno con la bencina. Se añade dentro del tubo en que está la bencina filtrada cinco centímetros cúbicos de agua destilada, a la cual se le ha añadido una gota de solución reciente de alumbre de hierro al 1 por 100. Se agita durante un minuto y se deja reposar.

El líquido acuoso, si existe ácido salicílico, se separa coloreado en violeta amatista más o menos pronunciada.

Habiendo operado en las condiciones expuestas, el ácido salicílico obtenido no puede provenir más que de la sacarina existente en el vino examinado.

XLII.—INVESTIGACIÓN DE LA DULCINA

Se le adiciona al vino carbonato de plomo, evaporando al baño maría hasta obtener una pasta espesa. El residuo se trata por el alcohol, y el extracto alcohólico evaporado a sequedad se trata repetidas veces por el éter hasta agotarlo. El extracto etéreo filtrado deposita la dulcina pura, pudiendo reconocerse por su sabor dulce y su punto de fusión (173-174°). Se caracteriza, además, por las reacciones siguientes: A la dulcina en suspensión en un poco de agua se le adiciona cinco a ocho gotas de una solución de nitrato de mercurio, exento de ácido nítrico; se calienta seguidamente ocho o diez minutos en un baño maría hirviendo, produciéndose en estas condiciones una ligera coloración violeta, que aumenta con la adición de una pequeña cantidad de peróxido de plomo.

Si se calienta la dulcina durante algún tiempo con tres o cuatro gotas de fenol y de ácido sulfúrico concentrado, y se la diluye después con agua y añade amoniaco, resultará que en la superficie de contacto con los dos líquidos, no miscibles inmediatamente, se formará una zona azul.

XLIII.—OTRAS DETERMINACIONES E INVESTIGACIONES

Para otras determinaciones o investigaciones analíticas, que pue-

de ser conveniente o necesario realizar en algunos casos, consultense los tratados modernos de análisis.

Determinaciones numéricas.

En todos los resultados finales de los cálculos que siguen a continuación, debe tenerse en cuenta que deberá añadirse una unidad a la última cifra decimal conservada (del orden que en cada cálculo se indicará), cuando la primera despreciada sea igual o superior a cinco.

I.—ALCOHOL EN POTENCIA

Se disminuye en una unidad el número de gramos por litro de materias reductoras, y se multiplica la diferencia por el coeficiente 0,059.

El producto resultante será el alcohol en potencia por 100, o sea el grado alcohólico en potencia al estado de azúcar.

Se expresará en los boletines con una decimal.

II.—ALCOHOL TOTAL EN PESO

Se suman el grado alcohólico con el alcohol por 100 en potencia, obtenido según I, y la suma se multiplica por el coeficiente 7,943.

Se expresará en los boletines con una decimal.

III.—ACIDEZ FIJA

Del número de gramos y decigramos de acidez total por litro calculado en ácido sulfúrico, se deducirá el número de gramos y decigramos de acidez volátil por litro, calculada también, desde luego, en ácido sulfúrico.

La diferencia será el número de gramos y decigramos de acidez fija por litro de vino, calculada en ácido sulfúrico.

Para tenerla expresada en ácido tártrico, deberá multiplicarse la anterior diferencia por el coeficiente 1,53.

En los boletines se expresará la acidez fija en ácido sulfúrico y tártrico con una decimal.

IV.—EXTRACTO SECO OFICIAL SIN AZÚCAR

De la cantidad obtenida por litro para el extracto seco por el método oficial se deducirá íntegramente la cantidad de materias reductoras por litro.

La diferencia que constituye el extracto seco sin azúcar se expresará en gramos y decigramos por litro.

V.—RESTO DEL EXTRACTO SECO DEDUCIDA LA ACIDEZ TOTAL

Del extracto seco oficial, sin azúcar, por litro, obtenido según IV, se restará la acidez por litro expresada en ácido tártrico.

Se aproximará solamente con una decimal.

VI.—RESTO DEL EXTRACTO SECO DEDUCIDA LA ACIDEZ FIJA

Del extracto seco oficial, sin azúcar, por litro, obtenido según IV, se restará la acidez fija, también por litro, expresada en ácido tártrico.

Se aproximará solamente con una decimal.

VII.—EXTRACTO SECO A 100° REDUCIDO

Del peso encontrado por litro para el extracto seco a 100° se restará:

1.º El peso de las materias reductoras por litro que excede de un gramo.

2.º El peso de los sulfatos, en sulfato potásico, por litro, que excede de un gramo.

La diferencia encontrada es la que se denomina extracto seco a 100° reducido, y se expresará con una decimal.

VIII.—RELACIÓN ALCOHOL : EXTRACTO A 100°

El valor encontrado para el alcohol total en peso, según II, se dividirá por la cifra hallada, según VII, para el extracto seco a 100° reducido.

La relación o cociente se expresará con una decimal.

IX.—SUMA ALCOHOL Y ACIDEZ TOTAL

Súmese el grado alcohólico del vino con su grado alcohólico en potencia, obtenido según I, y añádase la acidez total por litro, calculada en ácido sulfúrico.

Se expresará con una decimal.

X.—SUMA ALCOHOL Y ACIDEZ FIJA

Súmese el grado alcohólico del vino con su grado alcohólico en potencia, obtenido según I, y añádase la acidez fija, por litro, calculada en ácido sulfúrico.

Se expresará con una decimal.

XI.—RELACIÓN ÁCIDO : ALCOHOL (HALPHEN)

Si la acidez volátil por litro, calculada en ácido sulfúrico, no es superior a 0,7 gr., divídase la acidez total por litro, en sulfúrico, por la suma del grado alcohólico y del alcohol en potencia, obtenido según I.

Si la acidez volátil por litro, calculada en ácido sulfúrico, es superior a 0,7 gr., restese esta cantidad 0,7 del valor de dicha acidez volátil en sulfúrico, y la diferencia se restará del valor de la acidez total por litro, en ácido sulfúrico (todo lo cual equivale a añadir 0,7 a la acidez fija en sulfúrico), y esta última diferencia se dividirá por la suma del grado alcohólico y del alcohol en potencia, obtenido según I.

En los dos casos aproxímese la relación o cociente encontrado hasta la tercera cifra decimal.

XII.—RELACIÓN ALCOHOL : ACIDEZ FIJA (BLAREZ)

Súmese el grado alcohólico del vino con el alcohol en potencia, obtenido según I, y divídase la suma por la acidez fija por litro calculada en ácido sulfúrico.

Exprésese la relación o cociente obtenido con una decimal.

XIII.—RELACIÓN ROOS

Divídase la suma alcohol y acidez fija, obtenida según X, por la relación alcohol: extracto reducido a 100°, calculada según VIII, y exprésese la relación o cociente encontrado con una decimal.

XIV.—RELACIÓN CENIZAS : EXTRACTO SECO OFICIAL

Se dividirá la cantidad de materias minerales, por litro, por el valor encontrado para el extracto seco oficial sin azúcar, por litro también.

Se aproximarán la relación hasta la segunda cifra decimal.

XV.—DETERMINACIÓN DE LAS CANTIDADES DE GLUCOSA Y LEVULOSA

Llamemos P al peso total de las materias reductoras por litro de vino y a, la desviación polarimétrica, en divisiones sacarimétricas, a la temperatura de 15° C., y en un tubo de 20 c. c. del vino, y se determinarán la levulosa y la glucosa por las fórmulas siguientes:

$$\text{Levulosa por 1.000} = \frac{P \times 0,484 + a}{1,35}$$

$$\text{Glucosa por 1.000} = P - \text{Levulosa.}$$

XVI.—INVESTIGACIÓN DE LAS ADICIONES AL VINO DE MOSTO, MISTELA
O JARABE DE AZÚCAR

Para comprobar la presencia de mostos o jarabes en un vino dulce, se operará según el siguiente método de M. Blarez:

Cuando un mosto ha fermentado suficientemente para convertirse en un vino, es decir, cuando ha adquirido, por lo menos, cinco grados de alcohol, las proporciones de levulosa que contiene, con relación a la glicosa, son aproximadamente de dos tercios por un tercio. Si se divide el peso total de azúcares reductores por litro (que en XV hemos llamado P), por la desviación polarimétrica a 15° , en tubo de dos decímetros y en grados sacarimétricos (que hemos llamado a), se tendrá una relación $\frac{P}{a}$, que deberá tener un valor muy próximo a tres. Por tanto, siempre que esta relación sea superior a 3,5, se podrá deducir la adición de mosto, insuficientemente fermentado, al vino analizado. Si dicha relación es próxima a cinco, es igual a cinco o es superior a cinco, se podrá deducir que el mosto adicionado no ha fermentado, o bien que ha existido adición de mistela, de azúcar cristalizable invertido o de jarabe de azúcar.

La adición de jarabe de fécula o de glucosa dará una relación todavía más elevada, o bien comunicará al vino un poder rotatorio dextrogiro, en cuyo caso deberá investigarse la dextrina del modo como se indicó anteriormente.

Preparación de soluciones valoradas y reactivos.

Para la preparación de soluciones normales, decinormales, ácidas y alcalinas, puede partirse del ácido oxálico normal o de la valoración de los ácidos por medio del carbonato sódico puro.

Nosotros tomaremos como líquido tipo el oxálico normal.

Preparación del ácido oxálico normal.—Se toman exactamente 62,50 gramos de ácido oxálico seco y puro (si no lo es, se purificará por cristalización del modo como indican los tratados especiales), y puestos en un matraz aforado de 1.000 c. c., se le añade medio litro de agua a unos 60° , y se agita para que se disuelva; luego se le añade más agua, hasta que falte poco para el enrase; se mezcla y se enfriá hasta que llegue a 15° , y entonces se completan exactamente los 1.000 c. c.; se mezcla bien, se conserva en frasco bien tapado y fuera de la acción de la luz, para asegurar la conservación del título.

Bien purificado el ácido oxálico, no debe dejar ningún residuo por calcinación.

Preparación de la solución normal de sosa.—Se toman unos 45,0 gramos de sosa y se disuelven en unos 300 ó 400 c. c. de agua en un matraz aforado de 1.000 c. c.; se diluye luego la solución, hasta obtener el litro exacto a 15°; se mezcla bien y se procede a la valoración del modo siguiente:

Se toman 10 c. c. de ácido oxálico normal, y se le añaden cinco o seis gotas de fenolftaleína, y por medio de una bureta llena de sosa que se ha preparado, se va añadiendo gota a gota, hasta que el líquido ácido vire al rojo persistente.

Como la cantidad de sosa que hemos tomado es bastante superior a 39,93 gr., que es lo que debe contener el litro de sosa normal, es natural que para saturar los 10 c. c. de ácido oxálico normal hayamos empleado menos de 10 c. c. de la sosa preparada.

Supongamos, por ejemplo, que hemos empleado 8,5 c. c. de sosa.

Estos 8,5 c. c. de sosa, para que sean normal, es necesario que ocupen un volumen de 10 c. c.; luego a 8,5 c. c. de sosa habrá que añadir 1,5 c. c. de agua destilada; por tanto, si suponemos que nos quedan 960 c. c. de la solución, pues habrá desaparecido lo que falta hasta 1.000 entre el lavado de la bureta y los dos ensayos, por lo menos, que se hayan hecho.

Así:

$$\frac{8,5}{1,0} = \frac{960}{x}, x = 169,4,$$

o sea que a los 960 c. c. de sosa que han quedado se le añaden 169,4 centímetros cúbicos de agua destilada, y, bien mezclado, tendremos la sosa normal.

Con este líquido debe hacerse otro ensayo con el oxálico, y si no hay error, los 10 c. c. del oxálico normal deben ser saturados exactamente por 100 c. c. de la sosa obtenida.

Un centímetro cúbico de sosa normal = 0,049 de ácido sulfúrico.

Preparación del ácido sulfúrico normal.—Se toman unos 52 gr. de ácido sulfúrico de 1,84 de densidad, y se echa, poco a poco, en un matraz de 1.000 c. c. y que contenga unos 300 c. c. de agua destilada; se deja enfriar, y luego se completa el volumen del litro a 15°.

Para hacer la valoración se toman 10 c. c. de este ácido en un vaso, se le añaden unas cinco gotas de fenolftaleína, y con una bureta se

va añadiendo gota a gota la solución normal de sosa, hasta que vire el rojo persistente.

Supongamos que hemos empleado 12 c. c. de sosa normal. Esto nos indica que los 10 c. c. del sulfúrico debían ocupar un volumen de 12 c. c.; por tanto, a 10 c. c. del sulfúrico hay que añadirle 2 c. c. de agua destilada.

Luego si quedan 950 c. c. de sulfúrico, tendremos:

$$\frac{10}{2} = \frac{950}{x}, x = 190.$$

Añadiendo, pues, a los 950 c. c. del sulfúrico 190 c. c. de agua, tendremos el líquido normal de ácido sulfúrico. Como comprobación, debe hacerse con este líquido un nuevo ensayo, y ver si se corresponden el líquido ácido y el básico en volúmenes iguales.

Ácido sulfúrico decinormal. *Sosa decinormal.*—Se toman 100 centímetros cúbicos de los líquidos normales correspondientes, y con agua destilada se completan los 1.000 c. c. para cada uno de ellos.

Un centímetro cúbico de sosa decinormal es igual a 0,0049 de ácido sulfúrico.

Es conveniente hacer un ensayo, como antes, para ver si se corresponden a igualdad de volumen.

Fenolftaleína.—Se toman tres gramos de fenolftaleína y se disuelven en 100 c. c. de alcohol absoluto.

Preparación del líquido gipsométrico especial para la determinación de los sulfatos por el método aproximado, fijando límites.—Se toman 14 gramos de cloruro bárico, 50 gramos de ácido clorhídrico concentrado y agua destilada hasta 1.000 c. c., agitando hasta completa disolución.

Para la comprobación de este líquido deberá tenerse en cuenta que un centímetro cúbico de líquido gipsométrico equivale a 10 c. c. de solución de sulfato potásico.

Subacetato de plomo. — En una gran cápsula de porcelana se ponen:

Acetato neutro de plomo	950 gramos.
Litargirio en polvo fino	280 —
Agua destilada	2.500 c. c.

Se hace digerir esta mezcla agitando con frecuencia, durante seis horas, a una temperatura de 60°, próximamente, en baño maría. Se deja enfriar y se decanta el líquido.

Preparación y valoración del líquido Fehling.—Se preparan por separado dos soluciones, que llamaremos *A* y *B*.

Solución A.—Se pesan 69,278 gr. de sulfato cúprico puro y cristalizado, se disuelven en una mezcla de 500 c. c. de agua y 10 c. c. de ácido sulfúrico, calentado en una cápsula; se traslada, una vez frío, a un matraz aforado de un litro, completando este volumen con el agua de loción de la cápsula y agua destilada.

Solución B.—Se disuelven en agua destilada caliente 346 gr. de tartrato sódico potásico (sal de Seigmette), cristalizado y puro en medio litro de agua; después, ya frío, se agregan 103,2 gr. de sosa cáustica sin carbonato, y puesto en un matraz aforado, se completan los 1.000 centímetros cúbicos con agua destilada, y se filtra. Las dos soluciones deben conservarse en frascos separados, y ser mezcladas, en partes rigurosamente iguales, solamente en el momento de su empleo.

10 c. c. de solución *A*, mezclados con 20 c. c. de solución *B*, deben ser reducidos exactamente por 0,1 de glucosa; pero como no hay seguridad de que el sulfato cúprico sea perfectamente puro, el líquido Fehling debe valorarse siempre que debe usarse para determinar el azúcar por el método volumétrico, y para ello se operará del modo siguiente: Se pesan 4,75 gr. de azúcar cande puro en polvo, previamente lavado con alcohol y desecado a 70°; se ponen en un matraz de litro, con 500 c. c. de agua y 10 c. c. de ácido clorhídrico puro de 22° Baumé; se calienta en baño maría y se tiene veinticinco minutos a la ebullición del baño; se deja enfriar por completo; se satura exactamente por sosa, se agregan dos gramos de fenol, para asegurar la conservación, y se completa a 15° el volumen de un litro con agua destilada, y se mezcla bien el líquido.

Tendremos así una solución de 0,005 gr. de glucosa por centímetro cúbico, con la cual llenaremos una bureta dividida en décimas de centímetro cúbico y provista de una pinza.

Se mezclarán entonces 10 c. c. de la solución *A*, y otros 10 de la *B*, en un tubo de Violet; se les añadirá 20 c. c. de agua destilada y se llevará a la ebullición, haciendo gotear entonces lentamente sobre el líquido hirviendo el contenido en la bureta, procurando no se detenga la ebullición, continuando así hasta que se observe que la coloración azul empieza a desaparecer.

Se continúa con mayor precaución, haciendo, de cuando en cuando, un ensayo cualitativo de la presencia del cobre.

Para ello se depositará sobre un pedazo de papel blanco y

seco algunas gotas de una solución de ferrocianuro potásico saturado en frío, recientemente preparada y fuertemente acidificada por el ácido acético.

Por medio de un agitador de vidrio se irá sucesivamente depositando al lado de estas gotas de ferrocianuro de potasio una gota de la solución de cobre caliente.

Si la línea de separación de dos gotas se conserva incolora, será señal de haberse añadido un exceso de disolución de azúcar, y habrá que hacer un nuevo ensayo, añadiendo algo menos de esta disolución.

Si la línea de separación de las dos gotas se colorea en castaño (ferrocianuro de cobre), será señal de que hay todavía líquido cúprico sin descomponer, y en este caso se añadirá todavía, gota a gota, el líquido azucarado sobre el contenido en el tubo Violet, sometido a la ebullición, continuando así hasta que se llegue a un punto límite tal, que por un exceso tan pequeño como sea posible de solución de azúcar la reacción del cobre no se produzca.

El número de centímetros cúbicos de líquido azucarado empleado para obtener este resultado será comprobado por una segunda y una tercera operación.

Sea n este número de centímetros cúbicos : $n \times 0,005$ gr. de glucosa serán los que han sido precisos para descomponer la mezcla de los 10 centímetros cúbicos de la solución *A* y los 10 c. c. de la solución *B*.

Solución decinormal de iodo.—Purificación del iodo.—Para obtener iodo puro y seco, se tritura el sublimado del comercio con la cuarta parte de su peso de yoduro potásico, y puesta la mezcla en una cápsula de porcelana, se la calienta sobre una placa de hierro; primero se expulsa el agua, y cubriendola entonces con un gran vidrio de reloj u otra cápsula, se sublima el iodo puro en láminas cristalinas.

Para preparar la solución decinormal de iodo, se pesan 12,7 gr. de iodo purificado, y se echan rápidamente en un embudo cuyo tallo tenga un diámetro bastante grande, y que esté colocado en la boca de un matraz tarado de un litro, y con un filete de agua se arrastra todo el iodo al matraz, lavando el vidrio de reloj donde se ha pesado el iodo.

Inmediatamente se añaden 100 c. c. de una solución calentada a unos 60° de yoduro potásico (25 gramos de yoduro potásico en 100 centímetros de agua), procurando que corra a lo largo de las paredes del embudo y del matraz.

Se cierra el matraz, y agitando, se disuelve con rapidez el iodo.

Preparación de las soluciones necesarias para los métodos volumétricos de determinación del anhidrido sulfuroso. — Líquido de yodo N/50.—Se toman 2,54 gr. de iodo y se disuelven en 100 c. c. de solución de yoduro potásico, que tiene siete gramos de yoduro, y luego se completa el volumen de 1.000 c. c.

Líquido alcalino.—Será de potasa aproximadamente normal (56 gramos de potasa cáustica en un litro de agua destilada).

Líquido ácido.—Se preparará con un volumen de ácido sulfúrico puro de 66° y dos volúmenes de agua destilada.

Solución de almidón.—Se prepara desliendo un poco de almidón de trigo o fécula de patata en un poco de agua fría, y vertiendo la mezcla sobre unas cien veces su peso de agua hirviendo; se deja enfriar en reposo, y se decanta el líquido claro, que es el que se usa.

Es conveniente prepararlo en el momento que se emplea.

Preparación de las soluciones necesarias para los métodos gravimétricos de determinación del anhidrido sulfuroso. — Solución de iodo.—N/50 aproximada.

Solución de arsenito de sosa alcalino.—Se disolverá un gramo de ácido arsenioso puro, con tres gramos de carbonato sódico cristalizado puro, en 600 c. c. de agua destilada, calentando y completando el volumen hasta 1.000 c. c. una vez enfriada.

La solución de arsenito deberá ser oxidada por un volumen igual de la solución de iodo.

Debiendo ser empleadas estas dos soluciones como reactivos y no como líquidos valorados, no hay necesidad de verificar su exactitud con rigurosa precisión.

Preparación de acetato de mercurio.—Se disuelven 10 gr. de óxido rojo de mercurio en una mezcla de 35 gr. de ácido acético cristalizable y 120 gr. de agua destilada.

Preparación de las soluciones necesarias para la determinación del tanino.—*Solución de acetato de cinc amoniácal.*—Se disuelven en agua 4,5 gr. de acetato de cinc; se añade amoniaco, hasta que el precipitado formado se redissuelva, y se completa con agua destilada hasta los 200 centímetros cúbicos.

Solución valorada de permanganato potásico.—Se pesan 0,558 gramos de permanganato cristalizado y se disuelven en agua en un matraz aforado de un litro, y se completa el volumen de 1.000 c. c. a

15°, resultando que un centímetro cúbico de esta solución equivale a un gramo de tanino.

Solución sulfúrica de indigo.—Se toma 1,5 gr. de indigotina sublimada y se disuelve en unos 30 gr. de ácido sulfúrico puro. Al cabo de algunos días se diluye el líquido, hasta formar un litro, y se filtra.

Valoración de la solución de indigo.—Se toman 10 c. c. de la solución de indigo; se le añaden 10 c. c. de ácido sulfúrico puro y se diluye con agua hasta un litro. Se pone este líquido en un vaso de precipitar, que se coloca encima de un papel blanco, y se va añadiendo con una bureta la solución de permanganato, agitando el líquido hasta la aparición del tinte amarillo, que indica el final de la operación, operando como si se tratase de determinar el tanino en un vino. El número de centímetros cúbicos empleados representa el título del líquido de indigo.

Preparación del líquido especial de nitrato de plata para el método volumétrico de determinaciones de los cloruros.—Se disuelven 2,906 gramos de nitrato de plata puro, fundido en agua destilada, y se completa hasta un litro. Para la comprobación de este líquido debe tenerse en cuenta que 10 c. c. de líquido de nitrato de plata equivalen a 10 centímetros cúbicos de solución de cloruro sódico al 1 por 1.000.

Solución decinormal del nitrato de plata.—Se prepara disolviendo 16,87 gr. de nitrato argentino puro y desecado en medio litro de agua, agregando unas gotas de ácido nítrico para que se conserve mejor, y completando con agua 1.000 c. c. exactos a 15°. Se guarda este líquido en frascos amarillos o cubiertos de papel negro. El indicador que se emplea es una solución saturada de cromato potásico; un centímetro cúbico de nitrato argéntico decinormal = 0,0035 de cloro.

Nitromolibdato amónico.— Se disuelven 75 gr. de molibdato amónico en agua suficiente para formar 500 c. c. Se filtra el líquido y se va añadiendo poco a poco y agitando 500 c. c. de nítrico puro, de densidad 1,20. Se deja depositar durante ocho días y se filtra.

Mixtura magnesiana.—Se disuelven 55 gr. de cloruro magnésico puro y cristalizado en 300 c. c. de agua destilada. Se disuelven también 105 gr. de cloruro amónico en 350 c. c. de agua destilada. Se mezclan estas dos soluciones y se añaden a la mezcla 250 c. c. de amoniaco y agua hasta formar un litro. Se agita y se deja reposar y se conserva el líquido en frasco bien tapado.

Sulfato de difenilamina.—Se toma un gramo de sulfato de difenil-

amina y se disuelve en 50 c. c. de agua y 50 c. c. de ácido sulfúrico puro sin vapores nitrosos.

Solución de cloruros platinicos.—Se disuelven 35 gr. de cloruro platinico puro y seco en 100 c. c. de agua destilada.

Métodos de análisis de los vinos destinados a la exportación

Como ya se indicó oportunamente, es desde luego de toda conveniencia que los análisis de vinos que deben hacerse persiguiendo el objetivo de averiguar si reúnen las condiciones necesarias para ser exportados a unos u otros países se verifiquen siguiendo, en lo posible, los métodos de análisis oficiales en el país correspondiente, debiendo tenerse en cuenta, además, para sentar las conclusiones que de estos análisis deben deducirse, las condiciones que a los vinos imponga la legislación vigente en cada nación importadora.

Para facilitar desde este punto de vista la tarea de los laboratorios, se incluye a continuación la bibliografía actual correspondiente a los métodos de análisis seguidos oficialmente en algunos países; pero será conveniente procurar ir conociendo las modificaciones que en dichos métodos puedan implantarse sucesivamente por los países respectivos.

Métodos oficiales alemanes. — B. Kulisch. *Analyse chimique des vins.* Edición francesa, traducida por M. Chenu y Pellet, París, 1910. Librairie Scientifique A. Hermann et Fils.

Métodos oficiales suizos.—*Manuel suisse des denrées alimentaires.* Première partie: Lait et Vin, por la Sociedad suiza de Químicos Analíticos. Tercera edición. Berna, 1912. Neukomm & Zimmermann. Imprimeurs Editeurs.

Métodos oficiales franceses.—*Méthodes officielles pour l'analyse des denrées alimentaires.* Publicados en folleto especial por los *Annales des Falsifications.* París, 1909. Rue Madame, 56. Estos métodos también están incluidos en la obra de B. Kulisch, antes citada.

Métodos oficiales argentinos.—Centro de Información Comercial del Ministerio de Estado: *Instrucciones para los análisis en las oficinas químicas nacionales de la República Argentina* (Decreto de 19 de agosto de 1910). Madrid, 1911. Imprenta de G. López.

Métodos oficiales italianos.—Ministero di Agricoltura, Industria e Comercio. Direzione generale dell'Agricoltura. *Annali di Agricoltura, 1905. Metodi officiale por le analise dell'uve, dei mosti o dei vini.* Roma, 1905. Tipografia nazional di G. Bisiero o C. Vie Umbrie.

Metodos oficiales portugueses.—Comissao de estudos dos vinhos, azeites e vinagres. *Trabalhos de Comissao encarregada do estudo e unificação dos methodos de analyse dos vinhos, azeites e vinagres.* Lisboa, 1903. Imprenta Nacional.

Modo de presentar el resultado de los análisis de vinos

Si convenientísima es la unificación de los métodos de análisis de vinos, no deja de ser también muy importante y conveniente unificar el modo de presentación del resultado de dichos análisis.

En cada determinación analítica o numérica se ha indicado ya la unidad y aproximación de cada uno de los resultados que con las mismas se obtengan, y para la presentación del conjunto de estos resultados se inserta el siguiente modelo de boletín de análisis:

(Nombre del establecimiento o laboratorio).

BOLETIN DE ANALISIS QUIMICO

Muestra número....., ingresada el..... de..... de 19.....

Remitente.....

Rotulaciones y señas especiales de la muestra:

Degustación.....

Densidad a 15°.....

Alcohol por 100 en volumen

Alcohol en peso

Extracto seco

Acidez total en ácido sulfúrico.....

Acidez total en ácido tártrico.....

Acidez volátil en ácido sulfúrico.....

Acidez volátil en ácido acético.....

Acidez fija en ácido sulfúrico.....

Acidez fija en ácido tártrico.....

Materiales minerales

Alcalinidad de las cenizas en carbonato potásico.....

Sulfatos en sulfato potásico.....

Cloruros en cloruro sódico.....

Materias reductoras

Ácido tártrico total

Potasa

Glicerina

Ácido sulfuroso total

Ácido sulfuroso libre

Extracto seco sin azúcar

Extracto seco

Resto de extracto, deducida la acidez fija.....

Materia colorante

Suma alcohol y acidez fija.....

Relación alcohol: extracto

Conclusiones:

..... a de de 19.....

EL

NOTA.—Este documento ha sido librado sin enmienda ni raspadura.

Estos boletines podrán servir para todos los casos, incluso para los análisis parciales; pero claro está que solamente se formularán e incluirán conclusiones cuando el número de determinaciones efectuadas sea el suficiente para ello, y dichas conclusiones deberán referirse únicamente a las determinaciones citadas.

Conclusión

Como complemento de cuanto queda señalado respecto a los métodos uniformes de análisis de vinos, conviene indicar, para concluir, que, sin perjuicio de seguirlos con toda fidelidad, será en todas ocasiones muy útil el consultar los tratados modernos de análisis de vinos, y, por lo demás claro está que dichos métodos no pueden ser considerados como permanentes, sino que, por el contrario, conviene en alto grado que sean revisados periódicamente, para introducir en ellos las modificaciones que aconsejen su práctica constante y los incesantes progresos analíticos.

El Ingeniero-Director de la Estación Enológica de Haro, *Victor C. Manso de Zúñiga*.

El Ingeniero-Director de la Estación Agronómica, *Guillermo Quintanilla*.

El Ingeniero-Agregado a la Estación Agronómica, *Antonio Dorronsoro*.

El Ingeniero-Director de la Estación Enológica de Reus, *Claudio Oliveras Massó*.

El Ingeniero-Director de la Estación Enológica de Villafranca del Panadés, *Cristóbal Mestre Artigas*.

Madrid, 14 de julio de 1913—Aprobado: *Gasset*.

APENDICE

INSTITUTO INTERNACIONAL DE AGRICULTURA

Conferencia Internacional de Expertos para el estudio de la unificación de los Métodos de Análisis de los Vinos.

(Roma, días 9, 10 y 11 de abril de 1934)

Informe general

La Comisión internacional de Expertos para el estudio de la unificación de los Métodos internacionales de Análisis de los Vinos, reunida en Roma durante los días 9, 10 y 11 de abril de 1934, formuló las siguientes conclusiones:

Considerando que para la facilitación de las transacciones internacionales con respecto a los vinos es indispensable que los resultados de los análisis sean fácilmente comprendidos y rápidamente interpretados por los químicos de todos los países, la Comisión ha acordado que en todos los Boletines de Análisis de Vinos, referentes al comercio internacional, se deberán hacer constar los resultados de acuerdo con las reglas fijadas por la Convención Internacional para unificación de los resultados de análisis, firmada en París en octubre de 1912 (Notación C. I.) Como quedó estipulado en la referida Convención, los resultados podrán también figurar en los Boletines, de conformidad con las normas del país en donde estos Boletines se expidan.

Teniendo presente que los Métodos de análisis internacionales proyectados están destinados principalmente a los laboratorios de las aduanas, que deberán emitir su dictamen en un mínimo de tiempo, y considerando, por otra parte, que no es necesario siempre proceder

a un análisis completo para reconocer si un vino es francamente bueno o malo para adoptar la consecuencia ulterior de rechazarlo para el consumo, la Comisión acordó proponer:

- a) Un Método sumario y rápido que permita a los laboratorios de control hacer una primera selección; y
- b) Un Método de análisis detallado, al que se recurrirá en los casos extremos y dudosos, y cuyo empleo será obligatorio cuando sea preciso dirimir una desavenencia.

a) METODO DE ANALISIS RAPIDO

Este Método comprende necesariamente:

Examen organoléptico.

Determinación de la densidad.

Dosificación del alcohol.

Dosificación del extracto seco.

Apreciación de las materias reductoras.

Apreciación de la riqueza en sulfatos.

Dosificación de acidez (total y volátil).

Dosificación del anhídrido sulfuroso.

Y, eventualmente, la investigación de antisépticos.

Examen organoléptico.—Este examen, profundo, es indispensable y debe comprender: aspecto del vino, color, limpidez, olor y gusto. Puede completarse, si así se juzga preciso, con el examen microscópico, con objeto de comprobar si el vino contiene una proporción anormal de Mycoderma aceti o bacterias (germenes de enfermedades, tales como la vuelta o tornado, amargor, grasa, etc.).

El resultado de este examen organoléptico y microscópico servirá para decidir al químico a renunciar al examen rápido y a utilizar seguidamente el método de análisis completo.

Cuando el vino sea turbio, se debe proceder a su filtración sobre papel, teniendo cuidado de cubrir el embudo, y se efectuará el análisis con ese vino filtrado. Esta previa operación debe ser consignada en el Boletín de Análisis.

Densidad.—Después de haber eliminado, si es preciso, el ácido carbónico, se procederá a determinar la densidad a una temperatura lo más aproximada posible a 15°, utilizando, o bien un densímetro centesimal, o el picnómetro o la balanza hidrostática. El resultado, co-

rregido a 15°, se expresará con cuatro cifras decimales. Los errores admisibles entre dos resultados no deben afectar más que a la cuarta cifra decimal.

Grado alcohólico.—Se procederá por destilación del vino, previa y exactamente neutralizado, y por titulación del destilado, mediante alcoholes, cuidadosamente controlados, o con el pignómetro o la balanza hidrostática, o bien por los procedimientos por oxidación (1). El resultado, reducido a 15°, se consignará, de acuerdo con lo prescrito por la Convención de 1912, en gramos por litro y en porcentaje en volumen (grado Gay Lussac y décimas de grado). El error admisible para ese último modo de expresión no podrá exceder de 0,1° por exceso o defecto.

Extracto seco.—El extracto seco deberá determinarse por el Método densimétrico, basándose en el peso específico del vino a 15° y en el del destilado alcohólico a 15°. En la expresión de los resultados es indispensable, en espera de conocer las conclusiones resultantes de los estudios en curso y de un acuerdo ulterior sobre esta cuestión, indicar la fórmula empleada para obtener de estos datos el valor del extracto seco (fórmulas de Akermann, de Houdart, de Dujardin-Salleron, de Roussapoulos, etc). La diferencia admisible entre dos resultados no excederá de 0,5 gr. por litro.

Materias reductoras.—En los vinos secos corrientes se puede practicar un análisis cualitativo, empleando el vino decolorado mediante la dosis mínima de negro decolorante y utilizando la cantidad de licor cupropotásico correspondiente a un gramo o dos de azúcar invertido por litro, operando sobre 10 c. c. de vino. El resultado debe expresarse en la forma siguiente: Materias reductoras < 1 gramo, o materias reductoras > 1 gramo, pero < 2 gramos. Si el ensayo indica una cantidad de azúcar superior a 2 gramos por litro, realícese la dosificación exacta, empleando el procedimiento indicado en el Método detallado.

Sulfatos.—Hay que investigar cualitativamente los sulfatos, empleando un licor valorado de cloruro de bario, con adición de ácido clorhídrico.

Los resultados deben ser consignados en la forma siguiente: Sulfato de potasio por litro < 1 gramo o > 1 gramo y < 2 gramos.

Si el ensayo accusa una cantidad superior a 2 gramos por litro,

(1) Los procedimientos por oxidación deben ser principalmente considerados como métodos de comprobación.

efectúese la dosificación exacta, utilizando el procedimiento indicado en el Método detallado.

Materias minerales (cenizas).—Calcinación al rojo sombra de una cantidad conocida de vino y pesado de las renizas blancas. Si fuera necesario podrá proceder por lixiviación. Si se juzga útil puede determinarse la alcalinidad de las cenizas totales como se indica en los Métodos detallados.

Acidez.—a) Acidez total.—Medir exactamente un volumen de vino, que se calentará a 80°, en una flola de fondo plano, colocándola algunos minutos sobre el baño-maría para eliminar el ácido carbónico, y dejar enfriar. Mediante Titular con un licor alcalino valorado (sosa, potasa o agua de cal), vigilar la saturación por toques sobre papel tornasol sensible.

El empleo de la fenolftaleína como indicador debe ser, en este caso, rigurosamente proscrito.

b) *Acidez volátil.*—Arrastrar los ácidos volátiles por una corriente de vapor de agua, calentando previamente el vino sometido al análisis sobre el baño-maría hirviendo (Método de Blarez, modificado). Hacer pasar la corriente de vapor, cuidando de no dejar bajar el nivel del vino Titular la acidez del destilado, utilizando el tornasol sensible como indicador. Para esta última titulación se puede utilizar la fenolftaleína, a condición de indicarlo así en el Boletín de Análisis.

Si el vino contiene anhídrido sulfuroso debe dosificarse en el destilado, neutralizado, y acidificado después con algunas gotas de ácido sulfúrico y titulando con licor valorado de yodo, como se indica más adelante.

La acidez correspondiente al anhídrido sulfuroso debe ser restada de la acidez volátil.

Los resultados de las dosificaciones de acidez se expresarán conforme a lo acordado por la Convención de 1912 en c. c. de licor alcalino normal por litro de vino y conjuntamente en la forma consagrada por el uso en el país donde el análisis se ha realizado.

Las diferencias admisibles entre dos dosificaciones no deben sobrepasar a 1 c. c. de licor alcalino N para la acidez total y 0,2 c. c. para los ácidos volátiles.

Anhídrido sulfuroso.—a) *Anhídrido sulfuroso libre.*—Titulación directa mediante el uso de un licor valorado de yodo, utilizando, como indicador, el engrudo de almidón.

b) *Anhídrido sulfuroso total.*—Emplear indiferentemente el Método de Ripper (titulación por un licor de yodo, del vino previamente tratado por un exceso de licor alcalino, y después acidificado por el ácido sulfúrico) o por el Método de Haas (desplazamiento del anhídrido sulfuroso por el ácido fosfórico y arrastre en corriente de ácido carbónico, oxidación por el yodo y dosificación ponderal o tritrimétrica).

En los boletines de análisis debe hacerse mención al Método utilizado.

Los errores admisibles entre dos análisis efectuados en el mismo día son de 0,002 gr. para el anhídrido sulfuroso libre, y de 0,005 gramos para el anhídrido sulfuroso total.

b) METODO DE ANALISIS DETALLADO

Efectuar el examen organoléptico y el examen microscópico detallado.

Para la determinación de la densidad del alcohol, del extracto seco, de las materias minerales, de las acideces totales y volátiles y del anhídrido sulfuroso, se procederá como se ha indicado en el Método rápido.

Materias reductoras.—a) *Defecación del vino.*—Se procederá a la defecación del vino, ya por el método del subacetato de plomo, o bien por el método del sulfato ácido de mercurio. Para la aplicación de este último método hay que tomar precauciones especiales si el vino contiene sacarosa.

b) *Dosificación.*—Emplear únicamente los métodos en que se utilizan los licores cupropotásicos. Proceder bien por volumetría (métodos por el sulfato de hierro y permanganato o por el yodo y thiosulfato), o bien por gravimetría (pesaje del óxidulo de cobre obtenido con el vino defecado al plomo y rigurosamente neutro, o de cobre regenerado). Este último método es particularmente recomendable con los vinos ricos en azúcar (más de 10 gramos por litro).

c) *Examen polarimétrico.*—Operar preferentemente sobre licor defecado al sulfato ácido de mercurio. Se examinará al tubo de 20 centímetros cúbicos a 20° C.

Dosificación de la sacarosa.—Se procederá previamente a la inversión y después se aplicarán los métodos que anteriormente quedan descritos, tomando las precauciones indispensables. Los resultados

de las dosificaciones de las materias reductoras y de la sacarosa se expresarán en gramos de azúcar invertido, por litro, en lo que se refiere a las materias reductoras y en gramos por litro para la sacarosa. Diferencias admisibles: 0 gr. 5.

Ácido tártico.—La Comisión, reconociendo la insuficiencia de los métodos basados en la precipitación del bitartrato de potasio y su titulación volumétrica, recomienda el empleo de los métodos nuevos al racemato de calcio (método de Kling, modificado por Semichon y Flanzy). Los resultados se expresarán a la vez en c. c. de licor alcalino N. y en bitartrato de potasio por litro.

Ácido málico.—A falta de métodos fácilmente aplicables y suficientemente exactos, la Comisión reserva su opinión.

Ácido láctico.—En tanto se proponga y apruebe un método internacional, la Comisión recomienda el empleo, ya del método de Bonifazi (1) si el vino contiene entre 1 y 4 gramos de ácido láctico y menos de 5 de azúcar, o el método por oxidación crómica de Semichon y Flanzy (2). Los resultados se detallarán a la vez en centímetros cúbicos de licor acaino N. y en gramos de ácido láctico por litro.

Ácido succínico.—En espera de que se establezca un método internacional, la Comisión recomienda que se emplee el método de Semichon y Flanzy (3), a condición de comprobar la pureza del succinato de amoniaco obtenido (deducción de los sulfatos de las cenizas o extracción por el éter y titulación por el nitrato de plata).

Ácido cítrico.—Investigación cualitativa por el método de Déniges o el método de Stahre.

Glicerina.—En espera de un método internacional, la Comisión recomienda se empleen los métodos por arrastre, por el vapor de agua y dosificación por oxidación crónica. (Método Ferré-Bourges, modificado por Semichon y Flanzy (4), o método de von Fellenberg (5).)

Potasa.—Lo mismo que para la dosificación del ácido tártico, los métodos por precipitación al estado de bitartrato deben ser desechados. Empléense los métodos de Semichon y Flanzy; dosificación al estado de percloratos; después la destrucción de la materia orgánica

(1) Trav. Chim. Alim. P. 9, 1929. P. 122. Ann. Fals. 1928. P. 75.

(2) Ann. Fals. 1932 núm. 263.

(3) Ann. Fals. 1933 núm. 263.

(4) Ann. Fals. Dbre. 1930 núm. 264.

(5) Chim. Indust. Marzo 1932 p. 686.

por el ácido nítrico y el mercurio. Los resultados se expresarán a la vez en c. c. de licor normal y en gramos de bitartrato de potasio por litro. El error admisible es de 0,2 c. c. por litro.

Alcalinidad de las cenizas.—Se operará sobre las cenizas totales de 50 c. c. de vino obtenidas, como se dice en el Método rápido. Se efectúa la dosificación volumétrica, por retorno después de la disolución en el ácido sulfúrico N/10, y adición de cloruro de calcio, empleando la fenolftaleína como indicador. Los resultados se expresarán a la vez en c. c. de licor normal y en gramos de bitartrato de potasio por litro. El error admisible es de 0,5 c. c. por litro.

Fosforo total.—Se destruirá la materia orgánica por el método mercurio-nítrico y se precipitará el ácido fosfórico por los métodos clásicos. Se expresan los resultados en gramos de anhidrido fosfórico por litro. El error admisible es de 0,010 gramos por litro.

Sulfatos.—Precipitación por ebullición en medio netamente clorhídrico, por el cloruro de bario, filtración, calcinación y pesaje. Se expresan los resultados en gramos de sulfato neutro de potasio, por litro. El error admisible es de 0,050 gramos.

Acidez fija.—Se determina la acidez fija restando de la acidez total la acidez volátil corregida, y la acidez correspondiente al anhídrido sulfuroso libre contenido en el vino. Sus resultados se expresarán de la misma manera que para la acidez total.

Este informe ha sido suscrito por los siguientes técnicos: Henri Fabre (Argelia); Cristóbal Mestre Artigas y Juan Marcilla Arrazola (España); P. Antoniades (Chipre); D. Carlo Rossi y D. Salas (Chile); D. Dicenty (Hungria); Mrs. Filandieu y Semichon (Francia); Giulio Paris (Italia); Werder y L. Benvegnin (Suiza); Rousopoulus (Grecia); A. Brizi, secretario general del I. I. A.; L. Douarche, director del I. O. I. V.; E. Barthe, presidente del O. I. V.; y L. Potenziani, presidente del I. I. A.

MOCIONES PRESENTADAS POR LA ASAMBLEA DE EXPERTOS.
PARA EL ESTUDIO DE LA UNIFICACION DE LOS METODOS DE
ANALISIS DE LOS VINOS, CELEBRADA EN ROMA LOS DIAS 9, 10
Y 11 DE ABRIL DE 1934.

Independientemente del informe general que precede, los Expertos emitieron los tres votos siguientes:

I

La Comisión internacional de Expertos para estudio de la unificación de los Métodos para los análisis de los vinos, a propuesta de la Delegación española, propone: Que considerando que para la dosificación de los diversos ácidos orgánicos del vino es necesario adoptar en todos los países un método oficial uniforme, se encargue al Instituto Internacional del Vino de abrir una información (por medio de sus comités técnicos en los países adheridos al Instituto) sobre los procedimientos que se emplean actualmente en los laboratorios para la dosificación de los diversos ácidos orgánico, especialmente para los ácidos tártrico, mítico, láctico y sucínico, y que los resultados de esa información se publiquen en el Boletín de dicho Instituto Internacional del Vino. Y la Comisión de Expertos propone que, a continuación de dicha información, se convoque a otra nueva reunión para la unificación sobre los puntos citados de los métodos de análisis de los vinos. Dicha reunión podría, asimismo, examinar las demás cuestiones sobre las cuales no recayó acuerdo en la presente asamblea.

II

Considerando la Comisión que en los análisis corrientes de los vinos la aproximación de los resultados, hasta la segunda cifra decimal, es ampliamente suficiente, propone que, en lo sucesivo, los químicos y enólogos se abstengan de hacer figurar en los Boletines de análisis corrientes la tercera cifra decimal, que no tiene interés alguno.

III

Considera la Comisión que sería interesante examinar, en una nueva y próxima reunión, los métodos de dosificación de las substancias extrañas, artificialmente introducidas en los vinos, tales como los antisépticos y los edulcorantes. Sin embargo, cree deber señalar, desde este momento, la dosificación de la sorbita, dosificación que permite descubrir la mezcla de sidras y peradas con el vino natural (método Werder).

ÍNDICE

	<u>Páginas</u>
Advertencia	5
Real orden.....	7
Instrucciones para la toma de muestras.....	9
Determinaciones que hay que efectuar.....	10
Examen previo	12

Métodos oficiales de análisis.

I.—Determinaciones del peso específico.....	13
Tabla I, de correspondencia entre las densidades y los gastos Baumé.....	16
II.—Determinación del alcohol	17
Tabla II, de correspondencia entre las densidades de una mez- cla de alcohol y agua y su riqueza alcohólica.....	20
III.—Determinación del extracto seco.....	23
Tabla III, para el cálculo del extracto seco de los vinos.....	24
IV.—Determinación de la acidez total	26
Tabla IV, que da la acidez por litro en ácidos sulfúrico, tár- trico y acético, según el número de centímetros cúbicos de sosa N/10 empleados, operando sobre 10 centímetros cúbí- cos de vino	27
V.—Determinación de la acidez volátil	28
Tabla V, que da la acidez por litro de vino en ácidos acético, sulfúrico y tártrico, según el número de centímetros cúbí- cos y décimas de centímetro cúbico de sosa N/10 emplea- dos operando con 50 centímetros cúbicos de vino.....	29
VI.—Determinación de las materias minerales.....	30
VII.—Determinación de los sulfatos.....	32
VIII.—Determinación de las materias reductoras	33
Tabla VI, para la determinación de las materias reductoras por método gravimétrico.....	34
IX.—Determinación del gas sulfuroso total	36
X.—Determinación del gas sulfuroso libre.....	38
XI.—Investigación de las materias colorantes.....	40
XII.—Determinación del ácido tártrico total	41

	<u>Páginas</u>
XIII.—Determinación de la potasa total	42
XIV.—Determinación del ácido láctico	42
XV.—Investigación y determinación del ácido cítrico	43
XVI.—Investigación del ácido oxálico	44
XVII.—Determinación del tanino y materias astringentes	44
XVIII.—Determinación de la glicerina	47
XIX.—Investigación de la manita	48
XX.—Determinación de nitrógeno	48
XXI.—Determinación de la alcalinidad de las cenizas	49
XXII.—Determinación de los cloruros	49
XXIII.—Determinación del ácido fosfórico	50
XXIV.—Investigación del ácido nítrico	51
XXV.—Investigación del ácido sulfúrico libre	52
XXVI.—Investigación del ácido clorhídrico libre	52
XXVII.—Determinación de la alcalinidad de un vino	52
XXVIII.—Investigación del bario y del estroncio	54
XXIX.—Determinación del cobre	54
XXX.—Determinación de otras materias minerales	54
XXXI.—Investigación del alumbre	54
XXXII.—Investigación del ácido salicílico	55
XXXIII.—Investigación del ácido bórico	55
XXXIV.—Investigación del ácido benzoíco	56
XXXV.—Investigación del ácido fluorhídrico	56
XXXVI.—Investigación del abrastol	57
XXXVII.—Investigación del caramelo	58
XXXVIII.—Examen polarimétrico	58
XXXIX.—Investigación de la sacarosa	59
XL.—Investigación de la goma arábiga y de la dextrina	59
XLI.—Investigación de la sacarina	60
XLII.—Investigación de la dulcina	62
XLIII.—Otras determinaciones e investigaciones	62

Determinaciones numéricas.

I.—Alcohol en potencia	63
II.—Alcohol total en peso	63
III.—Acidez fija	63
IV.—Extracto seco oficial sin azúcar	63
V.—Resto del extracto seco deducida la acidez total	64
VI.—Resto del extracto seco deducida la acidez fija	64
VII.—Extracto seco a 100° reducido	64
VIII.—Relación alcohol : extracto a 100°	64
IX.—Suma alcohol y acidez total	64
X.—Suma alcohol y acidez fija	64

	<u>Páginas</u>
XI.—Relación ácido : alcohol (Halphen)	65
XII.—Relación alcohol : acidez fija (Blarez)	65
XIII.—Relación Roos	65
XIV.—Relación cenizas : extracto seco oficial	65
XV.—Determinación de las cantidades de glucosa y de levulosa.....	65
XVI.—Investigación de las adiciones al vino de mosto, mís-tela o jarabe de azúcar	66
Preparación de soluciones valoradas y reactivos.....	66
Método de análisis de los vinos destinados a la exportación.....	73
Modo de presentar el resultado de los análisis de vinos.....	74
Boletín de análisis químico.....	75
Conclusión	76
Apéndice	77









1056179
EA-213/2

EA-21